

RESUMEN

El metal duro, también conocido como carburos cementados del tipo WC-Co, es un material compuesto por granos micrométricos de carburo de tungsteno embebidos en un ligante metálico de base cobalto. Este material es el más utilizado en el campo del mecanizado de metales, gracias a su elevada dureza y tenacidad en un amplio rango de temperaturas. Sin embargo tales cualidades hacen que su propio mecanizado sea difícil por métodos tradicionales. A tal efecto, el corte por electroerosión (EDM) se ha establecido como uno de los principales métodos para su trabajo, al no depender de la dureza del metal a conformar.

Por otra parte, las altísimas temperaturas alcanzadas en la EDM pueden deteriorar la superficie del metal duro, afectando su resistencia mecánica y su rendimiento general. Daños típicos incluyen: evaporación del ligante de cobalto entre los granos de carburos de tungsteno, así como tensiones residuales y fisuras debidas a los elevados gradientes de temperatura alcanzados durante el corte.

La industria está interesada en recuperar parte de la resistencia del material perdida durante el corte, por lo que se han sugerido tratamientos térmicos para aliviar las tensiones residuales inducidas. Este trabajo se enmarca en el proyecto *oPtiMa*¹, destinado a estudiar la rotura de herramientas empleadas en procesos de sinterizado y su modelización y optimización.

Este proyecto se centró en el estudio y comparación de dos calidades de metal duro, referidas como GD30 y GD13 en este estudio. La primera es comúnmente utilizada por la empresa AMES para la fabricación de herramientas de conformado. La segunda exhibe una dureza mayor, acompañada de una mayor fragilidad, y suele ser más sensible a la presencia de daño.

En primer lugar se cuantificaron las características microestructurales y propiedades mecánicas básicas del material, (tamaño medio de carburo, dureza, y tenacidad a fractura). Seguidamente se cuantificó la variación de la resistencia mecánica (a flexión) causada por defectos superficiales, la electroerosión y tratamientos térmicos post-mecanizado.

Los resultados muestran que la calidad GD13, a pesar de poseer una resistencia intrínseca muy elevada, es mucho más sensible a defectos superficiales (incluyendo el acabado superficial resultante del desbaste). Su resistencia disminuye marcadamente al ser mecanizada electroerosión, y sólo se recupera parcialmente después del tratamiento térmico. El análisis de las superficies de rotura muestra cuantiosos defectos causados por la electroerosión; además de tensiones residuales (no visibles) que no son completamente eliminadas con tratamientos térmicos.

Por otro lado, la calidad GD30, a pesar de poseer una resistencia intrínseca menor a la GD13, se mostró más invariable delante de cualquier modificación, sólo disminuyendo ligeramente su resistencia al ser mecanizada por electroerosión, por lo que el efecto de los tratamientos térmicos pierde relevancia.

¹ *Incremento de la eficiencia y competitividad de procesos pulvimetalúrgicos mediante la optimización y predicción del rendimiento de herramientas de compactación y calibrado (oPtiMa)* es un proyecto financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación del gobierno de España, y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional.

SUMARIO

1.	GLOSARIO	6
2.	INTRODUCCIÓN	8
2.1	El metal duro	8
2.2	Fabricación	8
2.2.1	<i>Obtención del carburo de tungsteno</i>	9
2.2.2	<i>Molienda del carburo de tungsteno y el cobalto</i>	10
2.2.3	<i>Compactación</i>	10
2.2.4	<i>Sinterizado</i>	10
2.2.5	<i>Tratamientos posteriores</i>	11
2.3	Fases de los carburos cementados	11
2.3.1	<i>Carburo de tungsteno (WC)</i>	11
2.3.2	<i>Cobalto (Co)</i>	12
2.4	Aplicaciones de los carburos cementados	13
2.5	Propiedades generales de los carburos cementados	15
2.6	Magnitudes y correlaciones.....	17
2.6.1	<i>Tenacidad a fractura</i>	17
2.6.2	<i>Dureza</i>	19
2.6.3	<i>Resistencia a rotura</i>	20
2.7	Mecanizado por electroerosión.....	21
2.7.1	<i>Descripción del proceso</i>	21
2.7.2	<i>Electroerosión por hilo</i>	22
2.7.3	<i>Posible aparición de defectos superficiales</i>	23
2.8	Tratamientos térmicos y sus posibles beneficios	24
2.9	Calidades de meta duro estudiadas.....	25
3.	OBJETIVOS DEL PROYECTO	26
4.	PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES.....	28
4.1	Condiciones a estudiar	28
4.2	Preparación de probetas	29
4.2.1	<i>Probetas metalográficas</i>	29
4.2.2	<i>Chaflanado de probetas para ensayos a flexión</i>	30
4.2.3	<i>Acabado especular</i>	31
4.3	Medición de rugosidad	32
4.4	Medición de dureza.....	33

4.5	Medida de la tenacidad a fractura.....	34
4.6	Tratamientos térmicos de recocido.....	37
4.7	Medida de la resistencia a flexión	37
4.8	Microscopía Confocal y LSCM.....	38
4.9	Microscopía electrónica SEM	40
4.10	Espectro EDX	40
4.11	Análisis superficial	41
4.11.1	<i>Tamaño medio de carburo.....</i>	<i>41</i>
4.11.2	<i>Análisis fractográfico</i>	<i>42</i>
5.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
5.1	Caracterización básica de cada calidad.....	44
5.1.1	<i>Rugosidad.....</i>	<i>44</i>
5.1.2	<i>Tamaño de carburo</i>	<i>44</i>
5.1.3	<i>Contenido de cobalto.....</i>	<i>45</i>
5.1.4	<i>Dureza</i>	<i>46</i>
5.1.5	<i>Tenacidad a fractura</i>	<i>46</i>
5.2	Evaluación de los efectos de la electroerosión y los tratamientos térmicos	47
5.2.1	<i>Análisis de la superficie de corte</i>	<i>47</i>
5.2.2	<i>Resistencia a flexión</i>	<i>50</i>
5.2.3	<i>Efecto de la electroerosión</i>	<i>53</i>
5.2.4	<i>Efectividad de los tratamientos térmicos en la mejora de la resistencia de las piezas cortadas por electroerosión</i>	<i>53</i>
5.2.5	<i>Análisis fractográfico</i>	<i>54</i>
5.3	Presencia de tensiones residuales en las condiciones con EDM.....	61
6.	Conclusiones	66
6.1	Caracterización básica	66
6.2	Efecto del corte por electroerosión en las calidades GD13 y GD30.....	66
7.	COSTE ECONÓMICO	68
8.	IMPACTO AMBIENTAL	70
9.	AGRADECIMIENTOS.....	72
10.	BIBLIOGRAFÍA.....	74
	ANEXOS.....	76
	A. Formulas de Newman & Raju.....	76

1. GLOSARIO

%wt: Porcentaje en masa de un elemento químico.

AMES: Empresa española especializada en la producción de productos sinterizados. En gran parte de su producción intervienen matrices, moldes y otros utillajes fabricados de metal duro producido por la empresa DURIT.

Calidad: En éste proyecto se refiere a las distintas variedades de metal duro WC-Co, caracterizadas principalmente por la distribución estadística de los tamaños de carburo, así como el porcentaje en masa de cobalto. Las calidades a estudiar son **GD13 y GD30**.

Condición: En éste proyecto se refiere a un grupo de probetas (de GD13 y GD30) a ser ensayadas. Éstas habrán sido sometidas a pulido especular en una cara, corte por electroerosión, tratamiento térmico, una combinación de éstos, o simplemente se dejan tal y como se han recibido de la empresa DURIT. El nombre de cada condición se escribirá en cursiva y entre comillas, por ejemplo: "*PULIDO*".

Confocal: Microscopía óptica que incrementa el contraste en especímenes más gruesos que el plano focal, al eliminar la luz desenfocada o destellos de la lente. También permite obtener reconstrucciones tridimensionales de una superficie.

Dureza Vickers (HV): Resistencia de un material a ser penetrado por un indentador piramidal estandarizado de diamante. Se mide a partir de la fuerza vertical aplicada y la longitud de las aristas de la huella dejadas por el indentador.

DURIT: Empresa multinacional especializada en la producción de metal duro por sinterizado en fase líquida. La central **DURIT Metalurgia Portuguesa do Tungsténio** proporciona gran parte del utillaje de AMES.

EDX: *Energy-dispersive X-ray spectroscopy*. Espectro de fluorescencia de rayos X por energía dispersiva, gracias al cual se puede obtener la composición química de un material o cierta zona de éste.

Electroerosión (EDM): Proceso de eliminación de material a partir de descargas eléctricas que funden, evaporan o dañan el material. Indicado para materiales duros difíciles de maquinar por métodos convencionales.

Ligante: Fase de material que funde en el proceso de sinterizado en fase líquida y que envuelve las partículas sólidas en una matriz metálica. En el caso de metal duro se refiere a una solución sólida de base cobalto.

LSCM: *Laser Scanning Confocal Microscopy*. Método para obtener imágenes de alta resolución y sensibilidad a la profundidad a partir de la tecnología Confocal y el proceso de seccionado de imágenes, en el que un conjunto de éstas es combinado en una mayor tamaño. También permite la reconstrucción topográfica 3D de una superficie observada.

Metal duro, (WC-Co): Material de elevada dureza y tenacidad, compuesto de partículas de carburo de tungsteno (WC) en una matriz de cobalto (Co). Se confecciona por sinterizado en fase líquida, con el carburo actuando como partícula sometida a difusión en estado sólido y el cobalto actuando como ligante que funde durante el proceso. También se conoce con el

término **Widia**, no utilizado en éste trabajo. Aunque el término **carburos cementados** designa a todo una familia de materiales, se acostumbra a referir solamente al compuesto WC-Co.

Resistencia a flexión (TRS): Tensión de rotura de una probeta de cierto material al someterla a flexión. Se mide a través de un ensayo con medidas estandarizadas.

SEM y FE-SEM: Método de microscopía electrónica que produce imágenes a partir del barrido a través de un haz de electrones, con una resolución muy superior a la de los microscopios ópticos. FE-SEM se refiere al método de microscopía por emisión de campo de electrones.

Sinterizado (en estado sólido) o pulvimetalurgia: Método de confección de objetos a partir de polvo, indicado para materiales con elevados puntos de fusión o piezas de precisión. El polvo es compactado y calentado en una matriz, favoreciéndose procesos de difusión en estado sólido que unen las partículas del material, obteniéndose un objeto consistente pero poroso.

Sinterizado en fase líquida: Método similar al sinterizado en estado sólido, excepto por la presencia de una segunda fase de material que sí que funde. Así se obtiene difusión en estado sólido entre las partículas que no funden, y a la vez una matriz de material fundido que ocupa los contornos vacíos de tales partículas llamada *ligante*.

T.T.: Tratamiento térmico.

2. INTRODUCCIÓN

2.1 El metal duro

Los carburos cementados, también conocidos como metal duro (inglés: *cemented carbide*, *hardmetal*), son materiales compuestos formados por dos componentes principales, uno formado por partículas cerámicas y otro correspondiente a una matriz metálica que los envuelve, llamada “ligante” (véase Fig. 1). El primero suele consistir en granos de carburo de tungsteno (WC), mientras que el otro acostumbra a estar constituido por cobalto (Co). La combinación de materiales tan distintos confiere a los carburos metálicos la dureza y estabilidad química de las cerámicas; y a la vez la tenacidad y alta conductividad térmica de los metales [1].

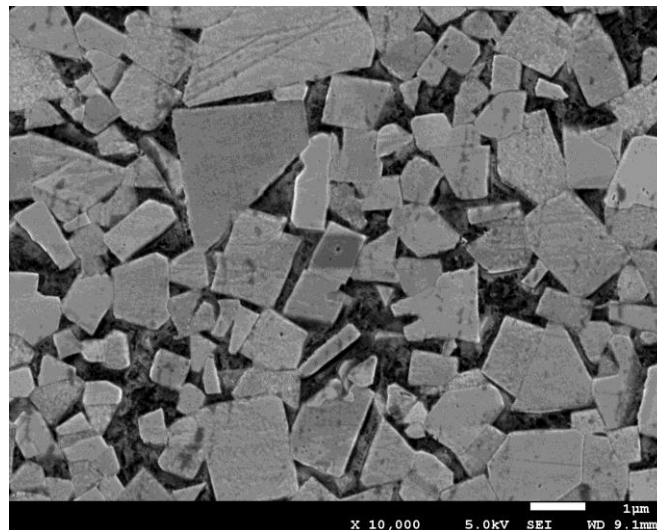


Fig. 1. Micrografía SEM de la calidad GD30 de metal duro. La fase más clara corresponde al carburo de tungsteno, la fase oscura al cobalto.

Actualmente, los carburos cementados se emplean fundamentalmente en el conformado de aceros, fundiciones, aleaciones no férreas y plásticos. Su importancia se pone de manifiesto al notar que alrededor del 70% del mecanizado de materiales se realiza con herramientas de corte de metal duro [2]. También se utilizan en el trefilado de metales y aleaciones (mediante hileras), en la fabricación de matrices y punzones para varias industrias de conformación metálica, en aplicaciones tribológicas para la fabricación de piezas anti-desgaste, y en otras funciones tales como recubrimientos y electrodos duros [2] [3].

2.2 Fabricación

Los carburos cementados se obtienen sufriendo una ruta pulvimetalúrgica o sinterizado. En primer lugar, los diferentes constituyentes (carburo de tungsteno, cobalto, aditivos) son pesados y combinados en forma de polvo en la proporción deseada. Seguidamente, la mezcla se muele en húmedo, controlando la duración del proceso para conseguir el tamaño de grano de carburo y la homogeneidad deseadas [1].

A continuación, la mezcla se seca por atomización, obteniéndose un material compuesto de aglomerados esféricos listo para prensar, que recibe el nombre de RTP (*“ready to press”*). A continuación, se añade cera, que otorga cohesión y lubricación. La combinación de RTP y cera

se prensa en una matriz con la geometría deseada, y se introduce en un horno para proceder a ser sinterizada (véase fig. 2).

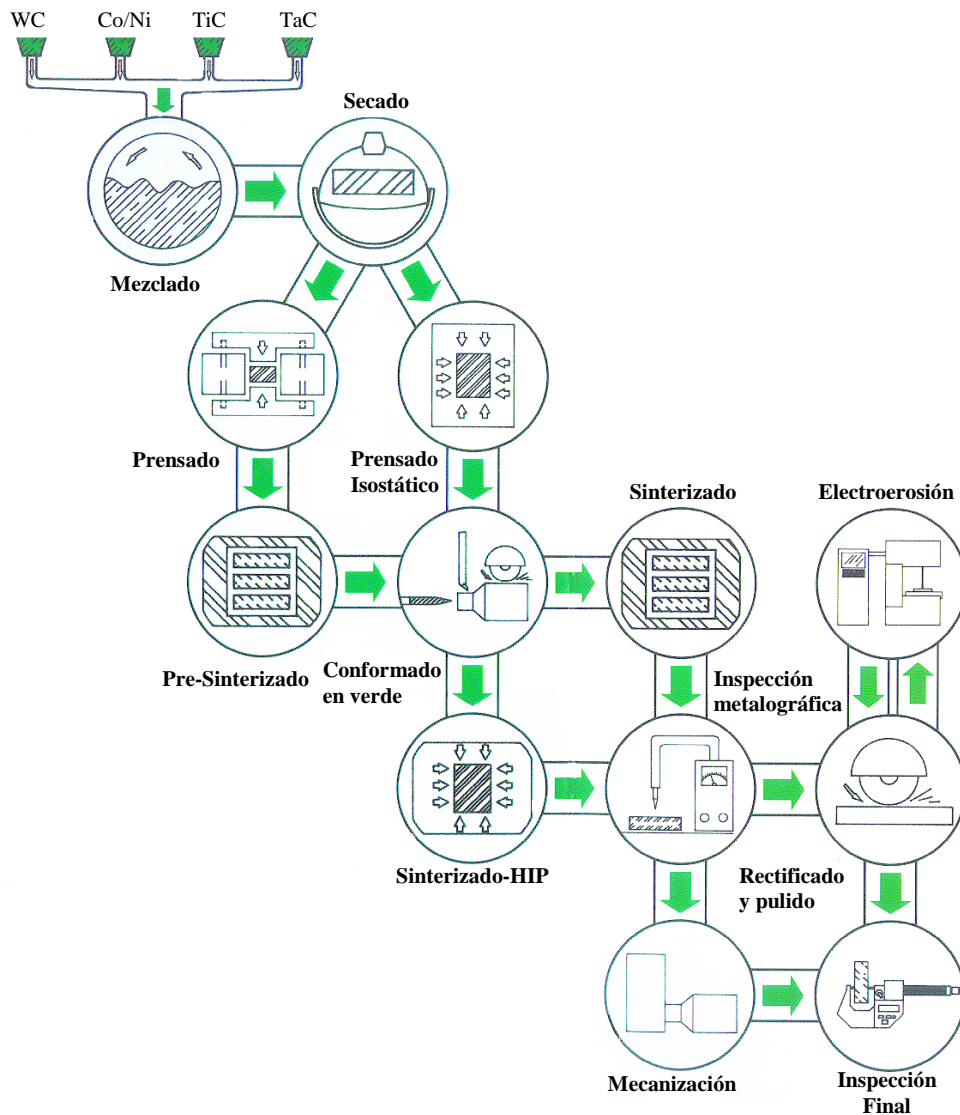


Fig. 2. Proceso de fabricación de los carburos cementados WC-Co según la empresa DURIT Metalurgia Portuguesa do Tungsténio [4].

2.2.1 Obtención del carburo de tungsteno

El monocarburo de tungsteno (WC) se obtiene mediante la carburación de polvo de tungsteno. La materia prima a partir de la cual se produce el tungsteno es el paratungstato de amonio (APT), que se obtiene de las minas de wolframita, shelita o wolframato de calcio.

Debido a que el carburo de tungsteno se descompone antes de fundirse, no se puede obtener por procesos que impliquen fusión. [5] El polvo de tungsteno se carbura mediante la adición de cantidades controladas de carbono (negro de humo o grafito sintético de elevada pureza), efectuando una mezcla íntima y homogénea de los dos componentes y prensándolos en forma de barras. Una vez finalizado el proceso, las barras son trituradas.

La carburación se realiza en presencia de hidrógeno a temperaturas entre 1.400 y 2.650 °C. La atmósfera de hidrógeno interactúa con el carbono para formar hidrocarburos que reaccionan para producir finalmente el carburo de tungsteno.

En la obtención del polvo de carburo de tungsteno es de gran importancia el control del contenido en carbono, para evitar la presencia de carbono libre y la formación de la fase η en el compuesto sinterizado (véase diagrama de fases de la fig. 4). El carburo de tungsteno estequiométrico contiene un 6,13 % en peso de C [6]. La cantidad exacta de carbono añadida a la mezcla se determina en la práctica y depende de las condiciones de carburación.

2.2.2 Molienda del carburo de tungsteno y el cobalto

Los polvos de carburo de tungsteno y ligante de cobalto se mezclan en húmedo para conseguir una reducción del tamaño de partícula y una distribución homogénea. La molienda y el mezclado se realizan en molinos de bolas de carburo en presencia de un líquido orgánico como hexano o acetona, con tal de minimizar el calentamiento y prevenir la oxidación. En los estadios finales, se añade un lubricante (normalmente parafina) para proteger las partículas e impartir resistencia a la mezcla consolidada.

En el siguiente paso se procede a tamizar y granular la mezcla, obteniendo un polvo con las características adecuadas para su posterior prensado (densidad aparente, tamaño y geometría del agregado, etc.). El granulado puede realizarse por atomización o por un proceso clásico.

2.2.3 Compactación

La técnica más común de compactación es el prensado en frío, utilizado para alta producción, como insertos para herramientas de corte. Para menores cantidades, se prensan grandes secciones planas que son luego cortadas en piezas más pequeñas del tamaño especificado. Las presiones empleadas oscilan alrededor de 200 MPa [3].

Otros métodos de compactación incluyen: el prensado isostático, el prensado en caliente para piezas grandes (como dados de estirado y bolas para molinos de bolas), y extrusión para piezas con formas difíciles de obtener por prensado convencional (como secciones grandes de geometría circular o rectangular).

2.2.4 Sinterizado

El proceso de sinterizado consiste de tres etapas (véase Fig. 3):

- 1) En la primera etapa, a una temperatura de aproximadamente 300°C, se funde y elimina la cera lubricante, y parte de las impurezas son absorbidas por la superficie de los otros componentes.
- 2) En la segunda etapa se procede a aumentar la temperatura hasta aproximadamente 1200°C, ligeramente por debajo del punto eutéctico. En este periodo los óxidos son reducidos y se inicia el sinterizado en estado sólido. Parte de la fase de carburo de tungsteno se disuelve en el ligante, que pasa a ser monocristalino debido a la enorme deformación aplicada durante el molido. Nuevas fases pueden aparecer y el nivel de porosidad disminuye.
- 3) En la tercera etapa, sobrepasada la temperatura eutéctica, se produce el sinterizado en fase líquida. La disolución parcial de fases de carburo de tungsteno en el ligante de cobalto continúa, y la porosidad pasa a ser prácticamente nula, consiguiéndose la

máxima densidad. A continuación la temperatura disminuye hasta llegar al nivel ambiental [7][8].

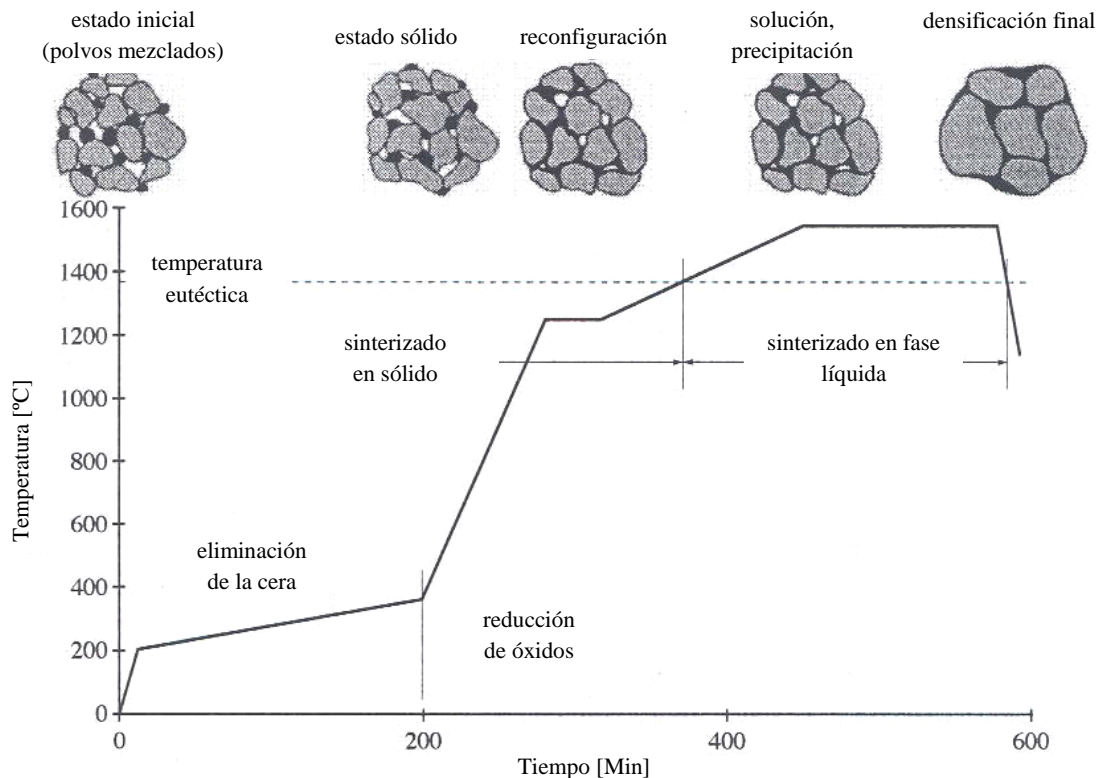


Fig. 3. Diagrama del proceso de sinterizado para los carburos cementados [1].

2.2.5 Tratamientos posteriores

Después del sinterizado, se acostumbran a requerir procesos adicionales para lograr un acabado superficial y un control dimensional adecuados. El esmerilado con ruedas abrasivas de diamante es la operación más común, seguida de otros procesos de eliminación de material por métodos no tradicionales, entre los que se incluye el mecanizado por electroerosión.

2.3 Fases de los carburos cementados

2.3.1 Carburo de tungsteno (WC)

El carburo de tungsteno es un compuesto inorgánico estequiométrico que forma tres clases diferentes de carburos: el monocarburo hexagonal δ -WC, el subcarburo hexagonal β -W₂C, y el subcarburo cúbico γ -WC_{1-x}.

Solamente la fase δ -WC es estable a temperatura ambiente, y el monocarburo WC es el de mayor importancia, debido a que el 95% de metales duros contiene WC, y más de la mitad de estos son aleaciones puras de WC-Co.

La fase WC se presenta en forma de cristales altamente anisotrópicos, con una celda unitaria hexagonal con valores de 0,291 y 0,284 nm para a y c , respectivamente [9][10].

La forma de los carburos se puede describir como prismas triangulares con bordes truncados. Los granos de menor tamaño y de forma irregular se denominan primarios y corresponden a los granos de WC originales que no se han disueltos en la fase ligante durante el sinterizado. Asimismo, los granos de mayor tamaño proceden de la precipitación del WC disuelto en el Co sobre los granos iniciales de WC y recrystalizan con formas triangulares o prismáticas [3].

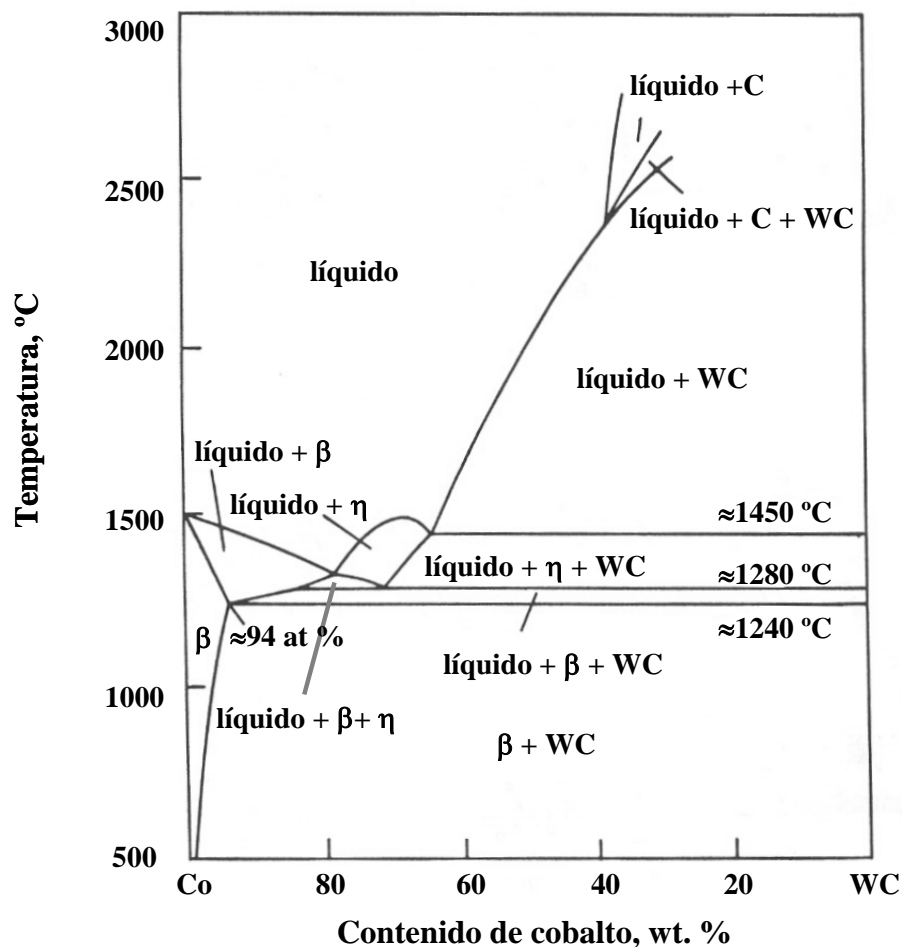


Fig. 4. Diagrama de fases del sistema WC – Co [3[3]].

2.3.2 Cobalto (Co)

El cobalto es el ligante utilizado en el 90% de la producción de metal duro, en proporciones que usualmente varían entre el 3 y el 30% en masa. Esa marcada preferencia por este metal (respecto a otros posibles ligantes) se debe a su mayor solubilidad con el tungsteno y el carbono a altas temperaturas.

El polvo de cobalto comúnmente utilizado en carburos cementados se obtiene por procesos de reducción con hidrógeno. El cobalto es un material ferromagnético.

La solubilidad del carburo de tungsteno en el cobalto es alta, pero varía fuertemente con la temperatura. La solubilidad del tungsteno en cobalto incrementa a medida que el contenido de carbono disminuye, y varía entre el 2 y el 15 % en masa a alrededor de 1250°C. La solubilidad del cobalto en el tungsteno se considera despreciable.

Debido a que los carburos cementados se producen por molienda y sinterizado en fase líquida, los parámetros iniciales del cobalto no son tan importantes como los de los polvos de carburo, ya que éstos son alterados enormemente en el proceso de producción [9].

A diferencia de su contraparte cerámica, la fase de ligante no posee una composición estequiométrica, debido a que contiene carbono y tungsteno en solución sólida. Por tanto, se trata más bien de una aleación de Co-W-C que de cobalto puro. La cantidad de wolframio en solución sólida depende del contenido de carbono en el metal duro: cuanto mayor sea éste, menor será la de wolframio, y viceversa [10].

2.4 Aplicaciones de los carburos cementados

Actualmente, los carburos cementados se encuentran presentes en múltiples sectores de la industria. Alrededor de un 22% de la producción se destina a herramientas de corte; un 26% a la minería, prospecciones petrolíferas y construcción de túneles; un 26% para el trabajo de la madera; y un 9% para la construcción (véanse figuras 5 y 6) [11].



Fig. 5. Proporción del consumo mundial de metal duro [11].



Fig. 6. Volumen de ventas mundial de metal duro [11].

Se suele utilizar cobalto puro en las aplicaciones que requieren alta resistencia a fatiga, como por ejemplo en herramientas de mecanizado y corte. Sin embargo, atendiendo a razones

económicas, o para ciertas aplicaciones que requieran mejor resistencia en condiciones severas, como corrosión o choque térmico, se utilizan ligantes alternativos que sustituyen el cobalto total o parcialmente. La fig. 7 muestra los rangos de uso de distintas calidades de metal duro para diferentes usos, mientras que en la fig. 8 se observan diferentes herramientas obtenidas con este material.

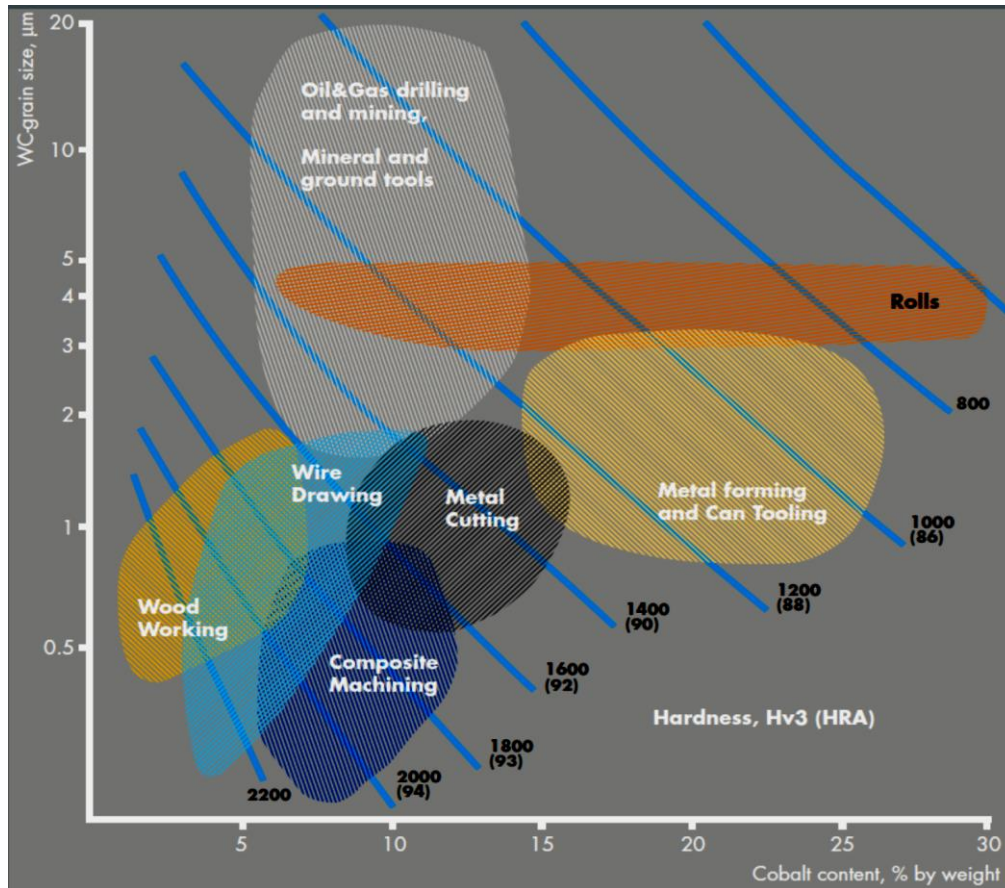


Fig. 7. Rango de aplicaciones de los carburos cementados para tamaños de carburo medios [12].

La investigación en metales duros se centra actualmente en optimizar los factores económicos, ahorrar energía, y en confeccionar metales especiales con propiedades definidas y optimizadas.



Fig. 8. Piezas de metal duro (especialmente matrices y punzones) para sus principales aplicaciones [4].

2.5 Propiedades generales de los carburos cementados

Las propiedades físicas y metalúrgicas de cada variedad de metal duro dependen de sus características microestructurales, tamaño y forma de grano, orientación, fracción en volumen de cada componente y calidad de las materias primas.

La dureza de los carburos cementados varía de 11 a 24 GPa, la tenacidad a fractura K_{IC} está comprendida entre 6 y 30 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, y la resistencia a rotura (TRS) se sitúa en un rango entre 1,5 y 4 GPa. También es conocido que la resistencia a fatiga de tales materiales es entre 5 y 10 veces superior a la del acero [13-15]. La figura 9 y la tabla 1 muestran comparativas entre diferentes materiales usados en herramientas de conformado, notándose las características generalmente favorables del metal duro.

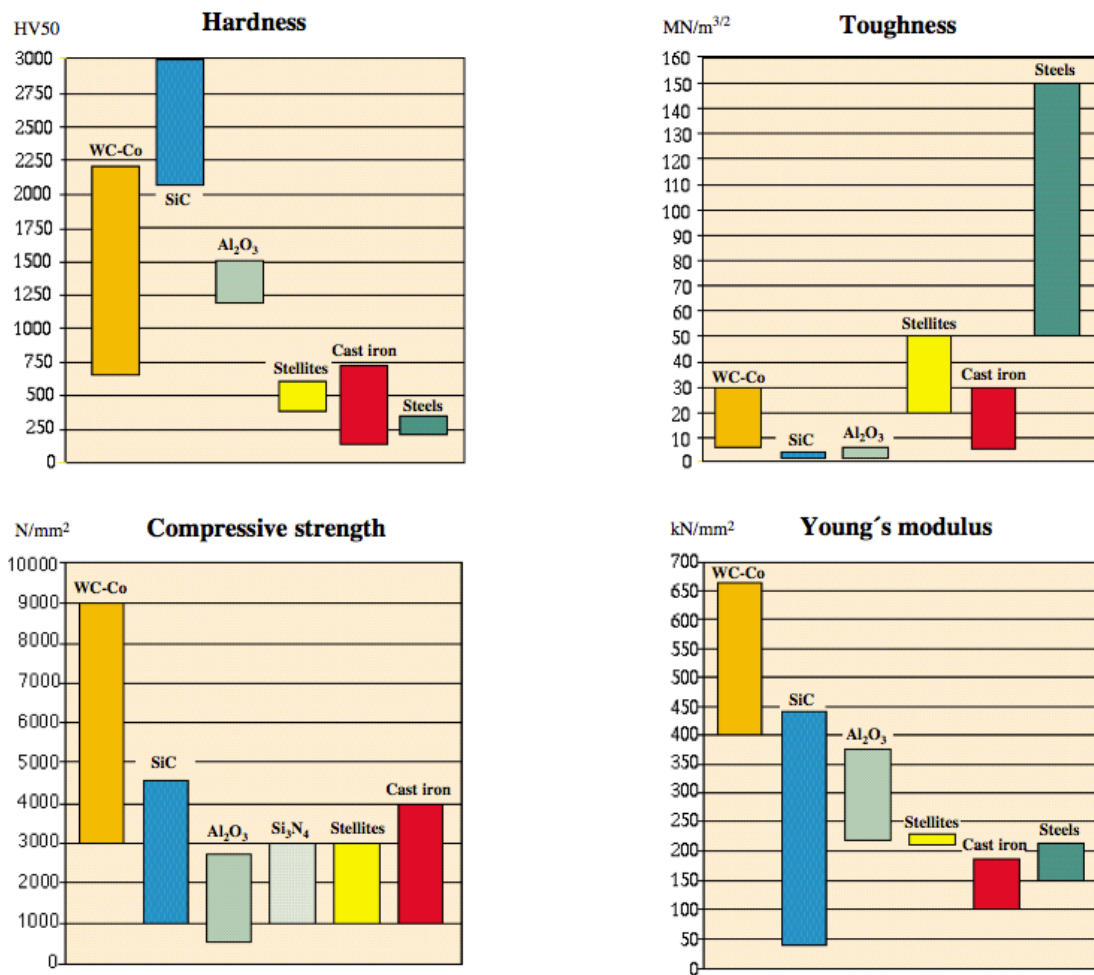


Fig. 9. Comparativa de las propiedades de los carburos cementados respecto a otros materiales [11]

Propiedad	Metales duros	Aceros rápidos	Cermets	Óxidos cerámicos
Densidad [$\text{g}\cdot\text{cm}^3$]	10,0-15,0	8,0-9,0	5,5-8,5	3,9-4,5
Dureza Vickers [HV_{30}]	800-2100	700-900	1300-1900	1450-2100
Resistencia a la rotura transversal [MPa]	1300-4300	2500-4000	1300-2700	400-1200
Resistencia a la compresión [MPa]	3000-7500	2800-3800	3800-6200	3500-5500
Módulo de elasticidad [GPa]	500-700	260-300	400-500	300-450
Tenacidad de fractura [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]	6-24	12-27	5-12	4-12
Coef. de expansión térmica [$10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$]	4,9-7,5	9-12	8,0-9,5	5,5-8,0
Conductividad Térmica [$\text{W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$]	30-110	15-48	9-18	10-38

Tabla 1, comparativa de propiedades de los principales materiales usados en el mecanizado de metales [16].

2.6 Magnitudes y correlaciones

A continuación sigue una enumeración de las magnitudes a calcular para caracterizar las calidades de las que se ocupa éste trabajo. También se mostrarán algunas relaciones entre la magnitud y la naturaleza del material, que después se utilizarán para evaluar la validez de los resultados en el apartado 5.

2.6.1 Tenacidad a fractura

La tenacidad a fractura describe la capacidad de un material que presenta una fisura a resistir a la rotura frágil.

En herramientas de conformado de carburo de tungsteno, un mecanismo de fallo muy común es la fractura frágil causada por defectos preexistentes (véanse por ejemplo [17]). La mecánica

de la fractura elástica lineal (MFEL) se suele utilizar como herramienta para racionalizar el comportamiento a rotura de materiales frágiles, como el WC-Co [2].

En la MFEL, el campo de tensiones en la punta de una fisura, en un material elástico y continuo, se describe en términos del factor de intensidad de tensiones aplicado, K_{ap} . Este parámetro es función del tamaño de la fisura a , del esfuerzo aplicado σ_{ap} , y del término adimensional Y , donde se incorporan las condiciones de contorno para un sólido agrietado, según la ecuación 2. 1.

$$K_{ap} = Y\sigma_{ap}\sqrt{\pi a} \quad \text{Ec. 2.1}$$

El factor Y se puede encontrar por fórmulas según la sollicitación y la geometría del fisura; como las de Tada & Irwin para ensayos normalizados, o los resultados empíricos de Newman & Raju [18][19].

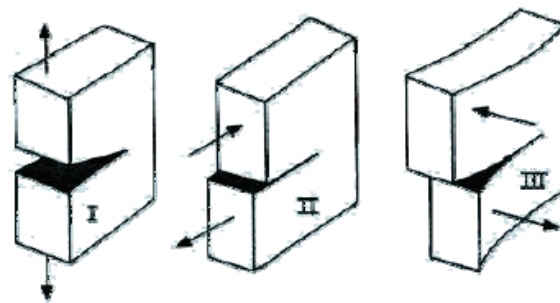


Fig. 10. Modos básicos de deslizamiento de una fisura sometida a tensión, I: tracción, II: cizalladura, III: rasgado.

En este contexto se definen tres tipos de sollicitación representados en la fig. 10: tracción (I), cizalladura (II) y rasgado (III). El valor crítico para rotura del factor de intensidad bajo el modo I se denomina tenacidad de fractura, K_{Ic} . La ecuación 2.2 muestra la fórmula de la tenacidad a fractura que se deduce, siendo σ_R la tensión de rotura a tracción del material.

$$K_{Ic} = Y\sigma_R\sqrt{\pi a} \quad \text{Ec. 2.2}$$

El uso efectivo de la mecánica de la fractura requiere de un procedimiento eficaz para introducir una prefisura aguda en las muestras a ensayar, algo complejo cuando se trata de materiales frágiles. Existen diversas metodologías que implican diferentes técnicas de prefisuración, geometrías de las muestras y configuraciones de la grieta. Sin embargo, ninguna de ellas está internacionalmente normalizada para el metal duro [20]. La elección de un método u otro depende de la experiencia en la medida de tal magnitud en materiales de cerámicas avanzadas (códigos JIS, DIN y ASTM).

El trabajo de Torres (2002) en la medida de tal magnitud para varias calidades de metal duro mostró que los métodos preferibles son: el método de Palmqvist, en el que se efectúa una indentación Vickers; y el método SENB (*Single Edged Notched Beam*), en el que se observa la propagación de una grieta previamente nucleada al someter una probeta a esfuerzos cíclicos [21].

La figura 11 muestra los valores típicos de K_{IC} en metal duro para diversos tamaños de grano de carburo contenidos en cobalto. Se observa una tendencia a valores mayores con tamaño de grano y/o contenido en cobalto mayores.

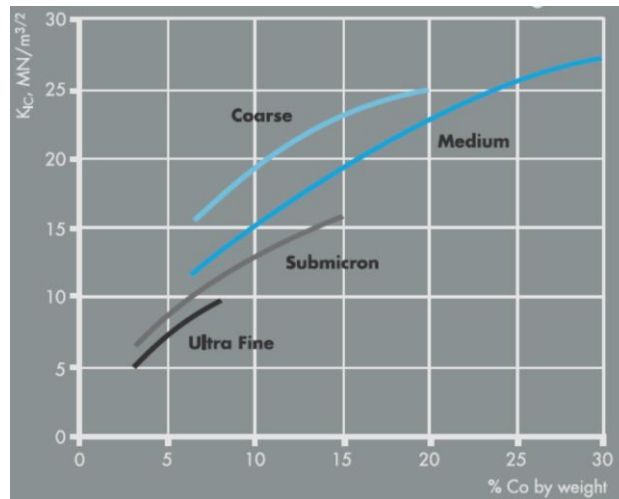


Fig. 11. Tenacidad a fractura para varios tamaños de carburo y contenidos de cobalto [12].

2.6.2 Dureza

La dureza de un material se define como la medida de la resistencia de éste a ser penetrado. En el caso de los carburos cementados, la fase de carburo es relativamente dura y frágil, mientras que el ligante de cobalto es blando y dúctil; por lo que la magnitud de la dureza recae principalmente en la fase carburo.

Los carburos cementados WC-Co se caracterizan por valores de dureza extremadamente elevados, que dependen principalmente de dos parámetros, la fracción de fase carburo, y el tamaño de tales granos de carburo.

La Fig. 12 muestra la relación entre la dureza y los dos parámetros: a menor contenido de cobalto, mayor dureza para un tamaño de carburo constante. Por otra parte a menor tamaño de carburo, mayor dureza. Nótese como la situación es la opuesta a los valores de tenacidad a fractura.

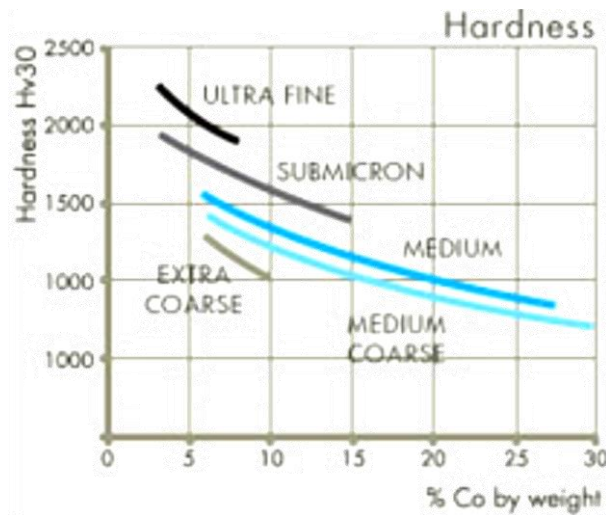


Fig. 12. Relación de la dureza con el porcentaje de cobalto para diferentes tamaños de carburo [11].

2.6.3 Resistencia a rotura

Debido a su extremada dureza y relativa fragilidad, los carburos cementados WC-Co no responden bien a ensayos de tracción uniaxial, por lo que se recomienda utilizar ensayos a flexión, obteniéndose la resistencia a flexión (*transverse rupture strength*, TRS).

La TRS depende de la microestructura del material estudiado. Aunque la relación entre microestructura y resistencia no es completamente conocida, se sabe que ésta aumenta con el contenido de cobalto, alcanzando un valor máximo alrededor de un 20% de cobalto en masa y un tamaño de carburo medio.

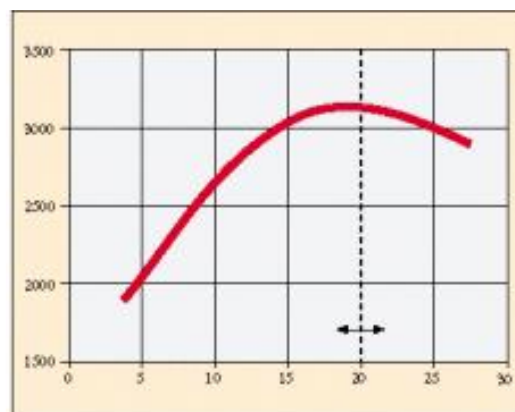


Fig. 13. Relación entre la TRS y el contenido de cobalto para tamaño de carburo medio [11].

La TRS también depende del tamaño de carburo. Aunque se conoce relativamente bien que la TRS es inversamente proporcional al tamaño de carburo (tal y como pasa con la dureza), la relación cuantitativa no es completamente clara [13, 14].

Para una cierta composición, un incremento del tamaño de carburo resulta en un incremento de la TRS para granos menores de 3,5 μm , seguido de una disminución de ésta para tamaños de carburo mayores.

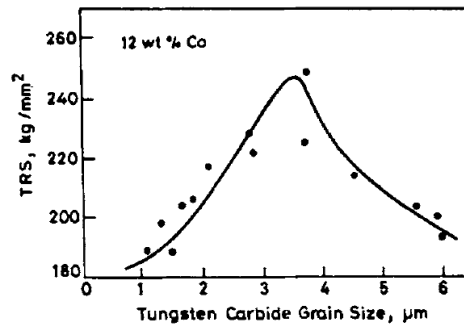


Fig. 14. Relación entre la TRS y el tamaño de carburo [14].

2.7 Mecanizado por electroerosión

2.7.1 Descripción del proceso

El mecanizado por electroerosión (Electrical Discharge Machining, EDM) es uno de los métodos más utilizados para trabajar materiales duros y frágiles sin recurrir a la abrasión [9][22,23]. Consiste en efectuar una serie de descargas eléctricas entre la herramienta y la pieza de trabajo, produciéndose temperaturas localmente elevadas que remueven material por fusión, evaporación o termofractura.

La pieza a mecanizar y la herramienta actúan como electrodos, separados por un líquido dieléctrico con impurezas ultrafinas que actúa inicialmente como aislante. Al aplicar un voltaje de aproximadamente 200 V en un espacio de 40 μm entre los electrodos, se genera un campo magnético. Este campo provoca que las partículas formen un puente entre los electrodos, y que el fluido entre éstos se desionice formando un plasma. A continuación, el voltaje cae a un valor de 25 V y la corriente aumenta hasta un valor constante.

El canal de plasma crece durante el tiempo de pulsación. Posteriormente, se forman burbujas de vapor mientras el líquido restringe el crecimiento del plasma, concentrando el impulso de energía en un volumen muy pequeño. Así, se generan temperaturas del orden de 40.000 K y una presión de 3 kbar, causando la fusión o evaporación de parte del material a mecanizar [23-25].

Cuando la corriente se detiene, el canal de plasma y las burbujas colapsan empujando el material fundido al interior del espacio entre la pieza y la herramienta. El fluido dieléctrico solidifica entonces este material y lo transporta, a la vez que enfría las superficies de los electrodos. El ciclo se repite sucesivamente.

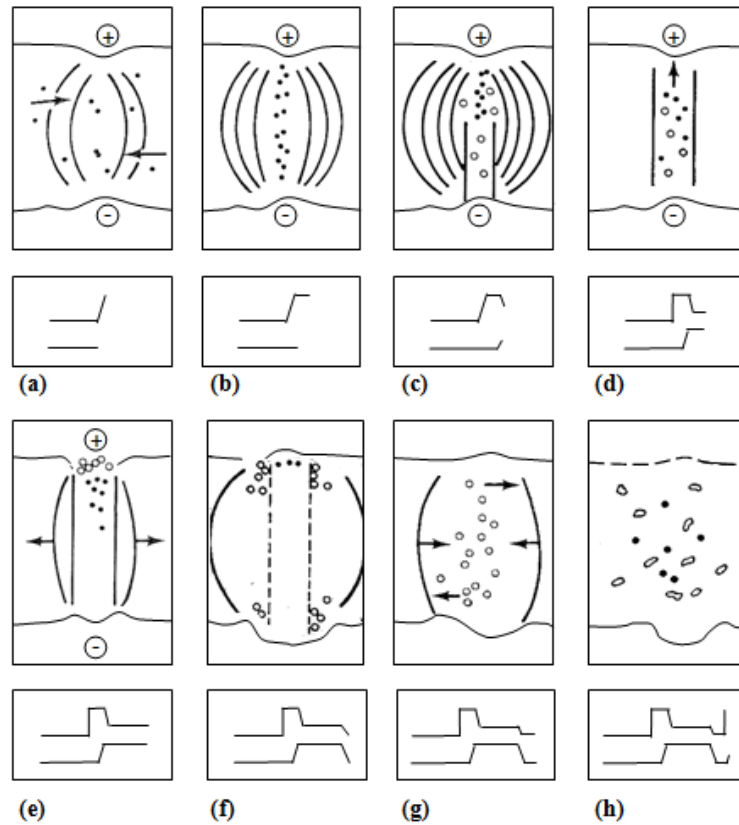


Fig. 15. Esquema del proceso de electroerosión. Etapas: (a) generación de un campo eléctrico (b) formación de un puente conductor de partículas (c) comienzo de la descarga debido a la emisión de partículas negativas (d) flujo de corriente por medio de partículas positivas y negativas (e) desarrollo del canal de descarga debido al aumento de temperatura y formación de burbujas de vapor (f) impulso de calor después de una caída de corriente (g) colapso de las burbujas de vapor (h) residuos: partículas de material, carbono y gas [25].

2.7.2 Electroerosión por hilo

Uno de los métodos de electroerosión más utilizados es el corte por hilo, que es el que se usará en este proyecto. Este proceso utiliza un alambre metálico de pequeño diámetro como electrodo para cortar un delgado canal en la pieza de trabajo (véase Fig. 16).

El alambre es el cátodo y la pieza de trabajo es el ánodo. Conforme procede la operación de corte, el hilo avanza de forma continua entre un carrete de alimentación y uno de recuperación para presentar un electrodo nuevo de diámetro constante. Ésto ayuda a mantener el mismo ancho de corte durante el proceso.

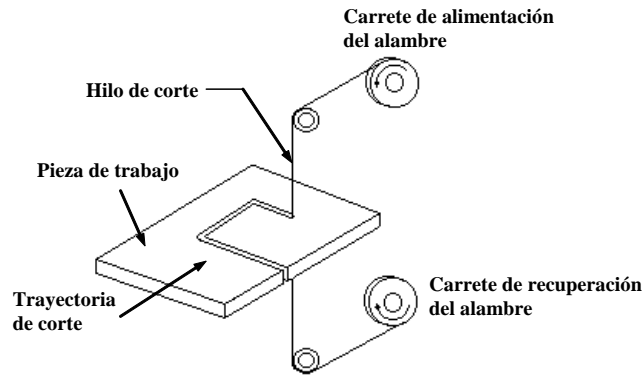


Fig. 16. Electroerosión por hilo [26].

El fluido dieléctrico puede aplicarse ya sea mediante boquillas dirigidas a la intercara herramienta-pieza de trabajo o por inmersión. Los diámetros del alambre varían entre 0,076-0,30 mm, dependiendo de la anchura de corte requerida. Los materiales usados para el alambre son: latón, cobre, tungsteno o molibdeno. Los fluidos dieléctricos incluyen el agua desionizada y el aceite [23].

2.7.3 Posible aparición de defectos superficiales

Durante el proceso de carga y descarga, la alta energía del plasma afecta a las superficies de modo diferente en función de las propiedades del material de trabajo. En el caso de metales y cerámicas con bajo punto de fusión, los mecanismos responsables de la eliminación de material son la fusión y la evaporación inducidas por el calor producido por el plasma entre el electrodo y la pieza [24].

Por otra parte, en materiales con alto punto de fusión, como algunas cerámicas y compuestos, la eliminación de material se atribuye principalmente a procesos de termofractura [24,26,27], es decir, el fallo mecánico del material debido a la aparición de esfuerzos internos que superan su resistencia. Esto se debe a que el material se dilata o se contrae durante los cambios bruscos de temperatura asociados a la electroerosión, dando lugar a esfuerzos de tensión y de compresión que pueden producir el fallo por tracción o por cizalladura.

En carburos cementados WC-Co, el análisis de los residuos del proceso de electroerosión permite concluir que la eliminación de material ocurre principalmente por mecanismos de fusión y evaporación [28-29].

La elevada conductividad eléctrica y el bajo punto de fusión de la fase ligante con respecto a la fase carburo (Co: 1490 °C, WC: 3140 °C) da lugar a la eliminación preferencial del cobalto en las zonas superficiales y sub-superficiales, lo cual produce la microfractura de los granos de carburo de tungsteno por relajación de los esfuerzos compresivos que los mantenían unidos [28-29].

Seguidamente, el líquido de metal fundido intenta rellenar las cavidades dejadas por los carburos, produciéndose así microfisuras superficiales debido a la elevada expansión térmica. La cantidad de fase líquida y de fisuras presentes en la superficie aumenta con el incremento del contenido de cobalto y del tamaño de grano del carburo.

Sin embargo, aún consiguiendo acabados superficiales óptimos, el mecanizado EDM de metales duros produce siempre una zona afectada térmicamente debajo la superficie trabajada, con una baja integridad superficial y mecánica debida a tensiones residuales, grietas y cráteres [30-32].

La resistencia a flexión decrece marcadamente con el mecanizado por EDM debido a la aparición de tensiones residuales (véase fig. 17). Lo mismo ocurre con el límite y la sensibilidad a fatiga aún aumentan más. Sin embargo, se ha constatado que tratamientos térmicos posteriores pueden restaurar parte del comportamiento inicial a fractura y fatiga del material [33].

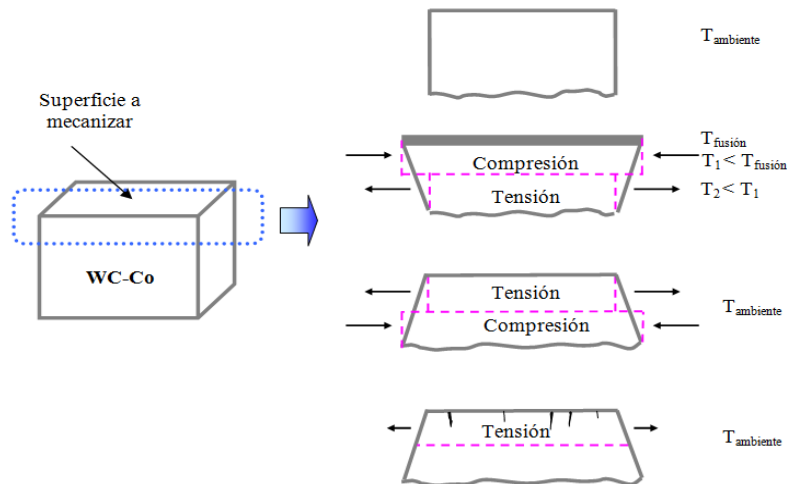


Fig. 17. Generación de esfuerzos residuales en probetas de metal duro mecanizadas por electroerosión.

2.8 Tratamientos térmicos y sus posibles beneficios

Se sabe que las altas temperaturas alcanzadas durante el mecanizado por electroerosión introduce tensiones residuales en el metal duro, ya sea debido a los diferentes coeficientes de dilatación de las fases carburo y cobalto, o ya sea por los gradientes de temperatura que causan mayor dilatación en la superficie que en el interior.

También es conocido el hecho de que tales tensiones pueden ser relajadas con tratamientos térmicos de recocido [9][21], con el objetivo de elevar su resistencia a flexión [2].

Un tratamiento térmico es un conjunto de operaciones de calentamiento y enfriamiento, bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo de permanencia, velocidad y presión; con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas, especialmente la dureza, la resistencia y la tenacidad.

En este estudio se sometieron las probetas a un tratamiento de recocido, el cual consistió en un calentamiento gradual por debajo de la temperatura eutéctica, seguida por un enfriamiento a velocidad similar. El recocido causa la difusión de átomos en estado sólido, por lo que el material progresa hacia un estado de equilibrio, eliminándose dislocaciones tanto en metales como en cerámicos.

Debido a que elevadas temperaturas pueden acelerar el proceso de oxidación de las superficies, tales tratamientos suelen llevarse a cabo en atmósferas sin oxígeno, ya sea en vacío o con gases inertes.

Aunque el trabajo de Casas et al. [2] ya cuantifica y muestra una mejora de la resistencia con tratamientos en vacío para el metal duro mecanizado por EDM, en este proyecto se ha querido probar el efecto de tratamientos más comunes en la industria, sugiriendo la empresa AMES un tratamiento de recocido en atmósfera de nitrógeno alrededor de 1000°C. El motivo principal es el mayor coste y complejidad del tratamiento en vacío, así como la práctica equivalencia teórica de ambos procesos.

2.9 Calidades de meta duro estudiadas

En el presente proyecto se estudian dos calidades diferentes de metales duros de composición WC-Co, suministradas por la empresa *DURIT Metalurgia Portuguesa do Tungsténio*.

En general, no existe una terminología normalizada para referirse a las distintas calidades de carburos cementados. Por tanto, es común que cada usuario utilice su propia nomenclatura teniendo en cuenta diferentes criterios.

En éste proyecto, las calidades a estudiar se referieren como GD13 y GD30, correspondiendo a la nomenclatura de DURIT de GD20F y GD30.

Actualmente, la empresa AMES utiliza la calidad GD30 en varios utillajes. Sin embargo ha observado que la calidad GD13, aunque en la práctica se deteriore más fácilmente, ofrece una dureza y una resistencia mecánica a rotura mayores. Así pues podría interesar investigar la viabilidad de cambiar de material.

Parte de este proyecto consistirá en cuantificar y comparar la resistencia mecánica de ambas calidades, evaluar la sensibilidad al daño introducido por electroerosión de las calidades, así como si ambas calidades pueden aumentar la resistencia que supuestamente pierden por la EDM con tratamientos térmicos

3. OBJETIVOS DEL PROYECTO

Este proyecto se divide en tres grandes ejes. El primero será la caracterización microestructural de las calidades de metal duro GD13 y GD30 (distribución del tamaño de los granos de carburo, porcentaje en masa de cobalto, dureza y tenacidad a fractura), obteniendo la características intrínsecas del material, no afectadas por posibles tratamientos.

Seguidamente se procederá a analizar y comprender la naturaleza del daño inducido por el corte por electroerosión, y la relación que éste tiene con la microestructura de la calidad. Para esto se comparará la resistencia a flexión de probetas con y sin corte por EDM, y se analizará por microscopía óptica y electrónica la superficie de rotura en búsqueda de las causas de fallo.

En tercer lugar, se someterán probetas cortadas por EDM a tratamientos térmicos de recocido usados comúnmente en la industria (temperatura alrededor de 1000°C en atmósfera de nitrógeno) y se comparará su resistencia a flexión con especímenes sin recocido.

Finalmente se compararán ambas calidades de metal duro, respecto tanto a su sensibilidad a la EDM como la capacidad de los tratamientos térmicos para recuperar su resistencia.

4. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

4.1 Condiciones a estudiar

Para evaluar la sensibilidad de ambas calidades a distintos acabados superficiales y tratamientos se decidió dividir las muestras en varias categorías llamadas *condiciones*, siendo cada grupo ensayado a flexión para comparar su resistencia.

La **Error! No s'ha trobat l'origen de la referència.** muestra todas las condiciones a ensayar a flexión que se consideraron (cada condición se evaluó a su vez para las calidades GD13 y GD30). Para cada condición se prepararon 6 probetas.

Denominación	Descripción	Número de probetas por calidad	
		GD13	GD30
"RECEPCIÓN"	Tal y como se ha recibido de la empresa DURIT, sin tratamiento térmico ni corte por EDM.	6	6
"PULIDO"	Como "RECEPCIÓN", pero con la superficie de la cara que se someterá a tracción en el ensayo a tracción pulida con acabado especular.	6	6
"No-EDM +T.T.920°C"	Sin corte por EDM, tratamiento térmico a 920°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6
"No-EDM +T.T.1020°C"	Sin corte por EDM, tratamiento térmico a 1020°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6
"No-EDM+T.T.1120°C"	Si corte por EDM, tratamiento térmico a 1120°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6
"EDM"	Cara cortada por EDM, sin tratamiento térmico.	6	6
"EDM+T.T.920°C"	Cara cortada por EDM, tratamiento térmico a 920°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6
"EDM+T.T.1020°C"	Cara cortada por EDM, tratamiento térmico a 1020°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6
"EDM+T.T.1120°C"	Cara cortada por EDM, tratamiento térmico a 1120°C, 1 h en atmósfera de nitrógeno.	6	6

Tabla 2: Relación de todas las condiciones a investigar y comparar.

La condición “RECEPCIÓN” describe a las probetas tal y como se recibieron de la empresa DURIT, y representan el tipo de material con la que AMES trabaja actualmente. Su acabado superficial corresponde a una operación de desbaste abrasivo.

La condición “PULIDO” se establece como la condición control o referencia, es decir, que posee las propiedades intrínsecas del material. Ésta condición no muestra ni daños por electroerosión, ni posibles alteraciones fruto de tratamientos térmicos. A la vez, el pulido le confiere una superficie con menos imperfecciones que podrían causar rotura (comparado con el acabado de desbaste de “RECEPCIÓN”) [33].

Las condiciones del tipo “NO_EDM” sirven para comprobar si el tratamiento térmico tiene algún efecto negativo sobre la resistencia del material al compararla con la condición de pulido.

4.2 Preparación de probetas

La preparación de probetas representa un paso esencial en cualquier caracterización microestructural. Tal preparación fue llevada a cabo manualmente, según los protocolos confeccionados por el personal de laboratorio, que serán descritos a continuación.

4.2.1 Probetas metalográficas

Para una primera observación del daño por electroerosión, se cortó por la mitad una probeta de cada calidad de la condición “EDM” para ser observada mediante microscopía Confocal. Para ello, se usó una sierra metalográfica con discos de diamante (véase fig.18-a). Debido a la elevadísima dureza del material, el corte de unos pocos milímetros cuadrados tardó alrededor de 20 minutos.

Una vez cortado el fragmento, se introdujo en una prensa calefactora, comprimiéndolo junto con polvo de baquelita, obteniéndose al final una probeta metalográfica como la de la fig.18-b.

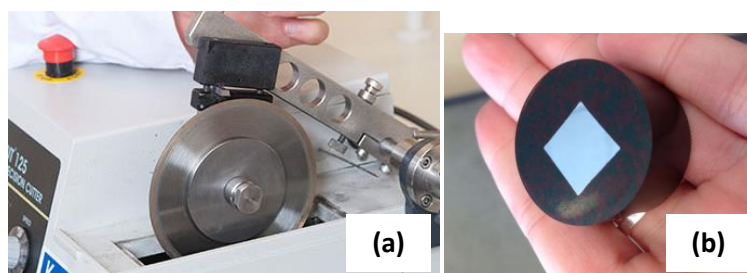


Fig. 18. (a) Sierra metalográfica (b) ejemplo de probeta metalográfica de baquelita.

A continuación se procedió a pulir la superficie cortada hasta alcanzar un acabado especular y se atacó con solución de Murakami² durante 30s. Acto seguido, se limpió con ultrasonidos durante 5 min; quedando así lista para la observación con microscopía LSCM.

² Solución de $K_3[Fe(CN)_6]$ en KOH

4.2.2 Chaflanado de probetas para ensayos a flexión

La empresa DURIT proporcionó más de 60 probetas de dimensiones 4x3x45mm, para cada calidad (véase fig. 19).

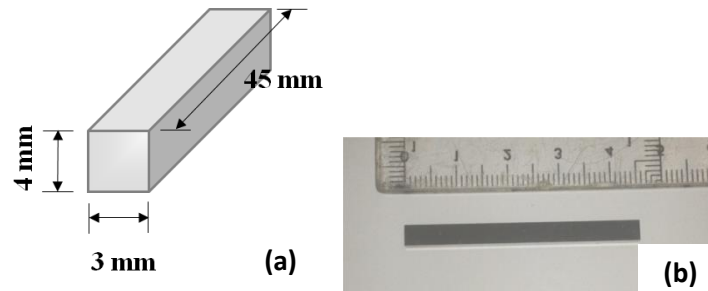


Fig. 19. (a) Dimensiones de las probetas para ensayos a flexión, (b) fotografía de una de las probetas.

Las probetas se ensayarán a flexión en cuatro puntos. En estos ensayos a flexión, las caras longitudinales más anchas (4x45mm) se colocan horizontalmente, sufriendo los esfuerzos de tracción y de compresión más elevados. Como es posible que las dos aristas longitudinales de la cara a tracción puedan actuar de concentradores de tensión (que conducirían a resultados erróneos), se chaflanaron tales a 45°.

El chaflanado se efectuó con una pulidora Struers modelo *LaboPol 5*, que contiene un plato giratorio donde se depositan discos abrasivos (“paños”) (véase Fig. 20). En este caso se usaron paños de polvo de diamante de grano progresivamente más fino. Un flujo constante de agua actúa de lubricante y refrigerante.

Para el primer paso de pulido se controló el proceso visualmente, mientras que por los otros dos se emplearon tiempos cronometrados (véase tabla 3). Una vez terminado, se examinaron las probetas con el microscopio óptico para comprobar que el “redondeo de los bordes” era correcto.

Paso	Material	Tiempo	Observaciones
1	MD-piano 220	~2 min	Control visual
2	MD-piano 600	3 min	Tiempo cronometrado
3	MD-piano 1200	3 min	Tiempo cronometrado

Tabla 3: Diagrama del proceso de chaflanado.

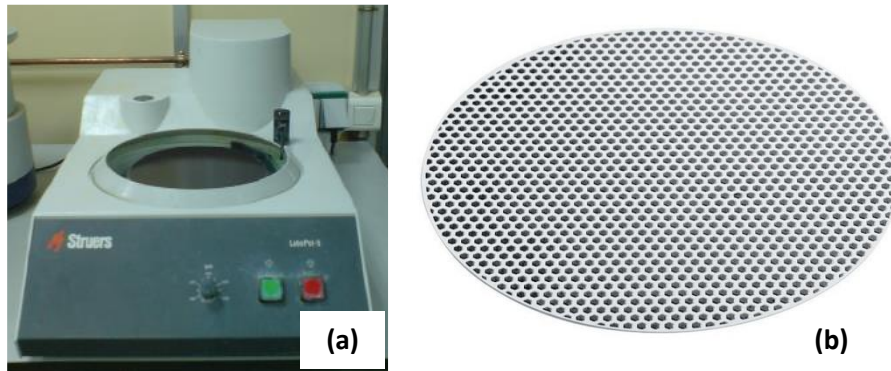


Fig. 20. (a) Pulidora de disco giratorio Struers LaboPol 5 (b) Disco abrasivo de diamante MD-Piano 220.

4.2.3 Acabado especular

Los ensayos de dureza y de propagación de grieta (SENB) necesitan de una superficie muy lisa para poder observar las indentaciones y la grieta, por lo que importa un acabado superficial de tipo especular (tal proceso es el que se decidirá posteriormente para medir la tenacidad a fractura). Para la condición “*PULIDO*” de los ensayos de flexión a 4 puntos interesa una superficie libre de defectos superficiales, por lo que tal acabado también interesa.

El proceso para conseguir el acabado especular es parecido al de chaflanado, utilizándose las mismas pulidoras rotativas. Sin embargo, en lugar de discos abrasivos se utilizan paños de material similar al terciopelo. Encima de tal disco se deposita una pequeña cantidad de pasta abrasiva que contiene cristales de diamante de tamaño micrométrico, así como un lubricante viscoso que evita daños al terciopelo y que además actúa como refrigerante (véase tabla 4). A medida que la mezcla de lubricante y pasta se va perdiendo (pues las fuerzas centrífugas hacen que tienda a dirigirse a los bordes del disco), hay que añadir más material.

En caso que se observen marcas visibles que no se puedan eliminar con la pasta de diamante, se precede todo el proceso por unos pasos de desbaste con discos abrasivos, iguales que en el proceso de chaflanado.

Paso	Material	Tiempo	Observaciones
Desbaste con discos abrasivos (opcional)	MD-piano 220	~2min	Control visual, procurando eliminar ralladuras
	MD-piano 600	~2min	
	MD-piano 1200	~2min	
Limpiado con metanol			
Pulido con discos de terciopelo y pasta de diamante	Pasta de diamante de diámetro 30 μm	4 min	Tiempos cronometrados
	Pasta de diamante de diámetro 3 μm	4 min	

Tabla 4: Secuencia del proceso de acabado especular.

4.3 Medición de rugosidad

Una vez mecanizadas por EDM, y antes de chaflanar (para evitar posibles alteraciones superficiales durante el pulido) se escogió una probeta de cada calidad para medir su rugosidad con un rugosímetro. Se tomaron cuatro medidas por cada una de las dos calidades, de las que posteriormente se extrajo la mediana y la desviación estándar.

El rugosímetro Mitutoyo Surftest usado en el laboratorio consiste en un palpador que recorre la superficie escaneando cualquier minúsculo cambio de altura, creando un perfil digital del área analizada (véase fig.21). Para evitar perturbaciones o errores, el dispositivo está protegido por una mampara y montada sobre una mesa con contrapesas y amortiguadores para aislarla del suelo.

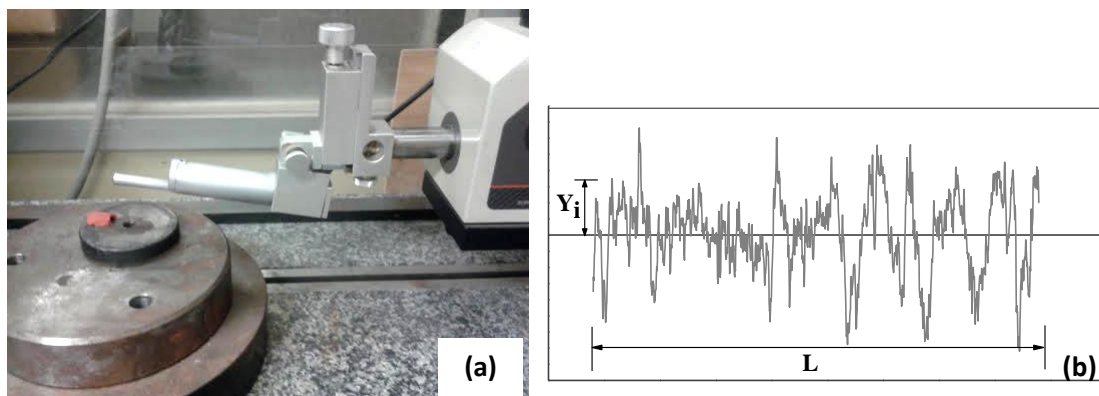


Fig. 21. (a) Rugosímetro utilizado en el laboratorio. El palpador está situado debajo del extremo del cilindro de más a la izquierda. Se usa una pequeña cantidad de plastilina (rojizo) para agarrar la probeta mientras el palpador se desplaza de izquierda a derecha. (b) Perfil típico de amplitudes obtenidas con este tipo de aparato.

La tabla 5 describe los parámetros de rugosidad que se pueden obtener con el rugosímetro, siendo R_a , la rugosidad promedio, la magnitud comunmentey usada.

Símbolo	Descripción
R_a	Rugosidad promedio, media de los valores absolutos de amplitud.
R_v	Profundidad máxima de valle.
R_q	Altura máxima de pico.
R_z	Distancia media entre el pico más alto y el valle más profundo para una distancia de sampleo dada.

Tabla 5, magnitudes medidas con el rugosímetro [34].

4.4 Medición de dureza

Los ensayos de Indentación Vickers se efectuaron en un durómetro Frank 532 (véase fig. 22). Se aplicaron cargas de 1 y 30 kg-fuerza durante 20 segundos a una probeta para ensayo a flexión en la que se había pulido una cara hasta alcanzar acabado especlar. La dureza se calculó después midiendo la longitud media de las diagonales y usando la ecuación 4.1 (donde P es la fuerza aplicada en kg-fuerza, y d la longitud de la diagonal en mm). Esta probeta no se utilizó en ningún ensayo a flexión.

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ec. 4.1}$$

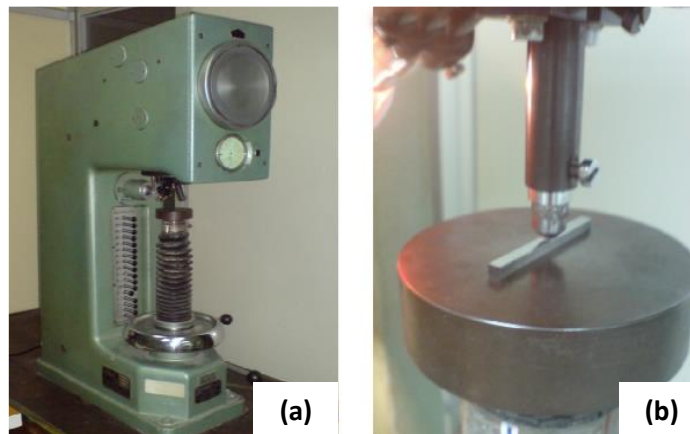


Fig. 22. (a) Durómetro Frank 532, (b) Aplicación de una carga de 294,3 N (30 kg-fuerza) con un indentador de diamante.

La aparición de grietas alrededor de las indentaciones Vickers permitió calcular también la tenacidad de Palmqvist para la calidad GD13. Dicho parámetro se obtiene midiendo la longitud de tales grietas y usando la ecuación 4.2 (donde l_i es la longitud de cada grieta, P es la fuerza aplicada, y HV es la dureza Vickers). La indentación se debe efectuar en una cara pulida con acabado especlar. Véase también la fig. 23.

$$K_c = 0,0028\sqrt{HV} \cdot \sqrt{\frac{P}{l_1 + l_2 + l_3 + l_4}} \quad \text{Ec. 4.2}$$

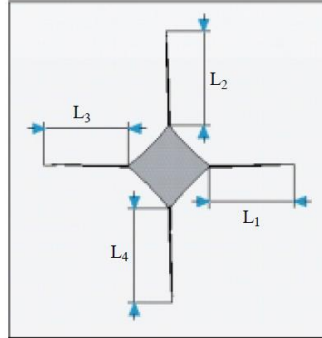


Fig. 23. Diagrama de las grietas de Palmqvist [13]

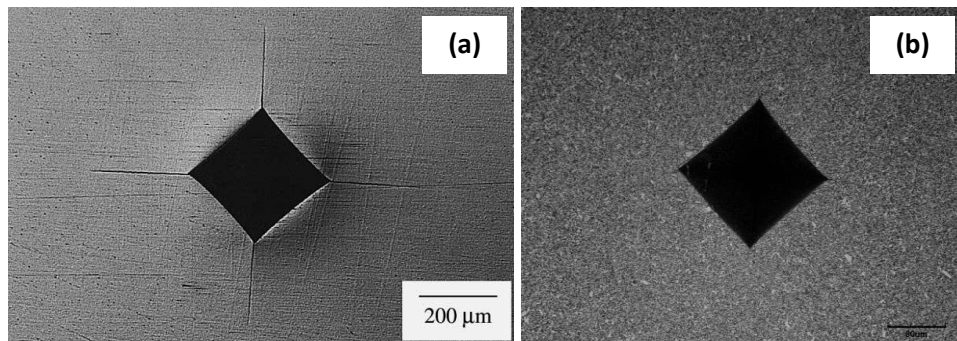


Fig. 24. (a) Indentación Vickers (100kg) para la calidad GD13, pudiéndose observar las grietas de Palmqvist [22] (b) Indentación Vickers (30kg) para la calidad GD30, notar la ausencia de grietas observables.

Sin embargo, la microscopía *Confocal* mostró la ausencia de grietas en las indentaciones de las probetas de GD30, a diferencia de la calidad GD13 (véase fig. 24). Ello es una clara indicación de la mayor tenacidad a fractura de la primera.

4.5 Medida de la tenacidad a fractura

Como no se pudo calcular la tenacidad de la calidad GD30 por el método de Palmqvist, se procedió a obtenerla por el método de la probeta con entalla única (*Single Edge Notched Beam*, SENB), el otro método recomendado en el trabajo de Torres [21].

En este caso, se dispuso de 2 probetas por calidad con dimensiones estandarizadas para este tipo de ensayo (45x10x5), proporcionadas por la empresa DURIT. Se pulieron con acabado especular las dos caras más extensas (para poder observar mejor la propagación de la grieta), y se procedió a mecanizar por electroerosión una entalla de 3mm de profundidad en una de las caras longitudinales más estrechas, que posteriormente se afiló con una cuchilla de acero de 0,05mm y pasta de diamante como abrasivo (véase fig.25).

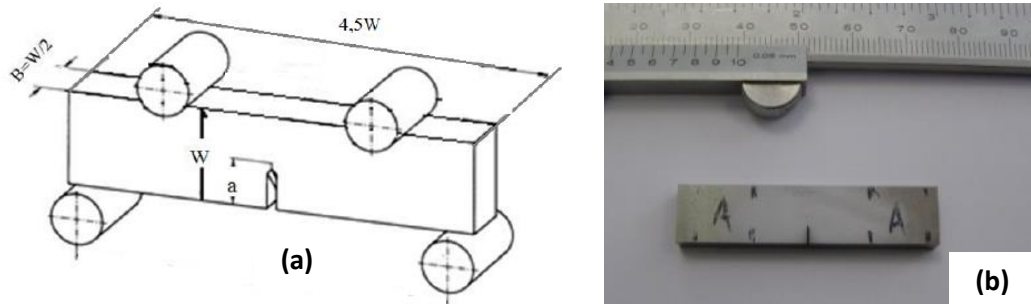


Fig. 25. (a) Esquema de una ensayo SENB y la probeta usada. a denota la longitud de la grieta [21] (b) probeta a ser ensayada en modo I para encontrar la K_{IC} de la calidad GD30. En el centro de la arista inferior se encuentra la muesca, el resto son marcas de rotulador para su colocación en el ensayo a flexión.

A continuación, en la arista interna de tal muesca se nucleó una grieta (como la de la fig.26) a través de cargas cíclicas de compresión (según la fig. 27), con una frecuencia de 18Hz, un cociente de carga R ($R=P_{max}/P_{min}$) de 10, y una carga máxima correspondiente a 800 MPa.

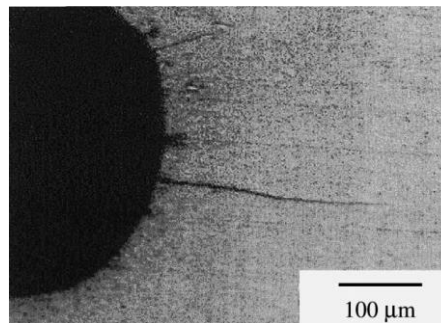


Fig. 26. Borde de la ranura y grieta nucleada [21].

Se sabe que este método de prefisuración induce tensiones residuales de tracción, las cuales se han de eliminar para obtener resultados de tenacidad fiables [21]. Para ello, todas las prefisuras se propagaron adicionalmente 1 mm aproximadamente hasta alcanzar la zona no afectada. Ésto se realizó mediante la aplicación de cargas cíclicas de tracción en flexión por cuatro puntos (véase descripción de la flexión a cuatro puntos en el apartado 4.7) en una máquina servohidráulica RUMUL con célula de carga de 20 kN, bajo un cociente de carga R ($R=P_{max}/P_{min}$) de 0,1 y frecuencias alrededor de 150 Hz .

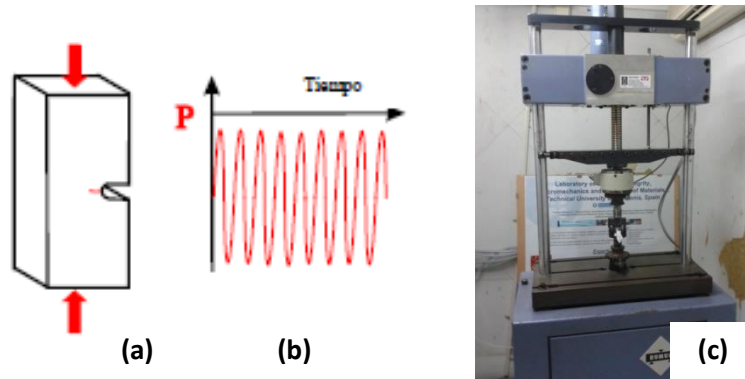


Fig. 27. (a y b) Representación del proceso de nucleación de una grieta en la entalla. (c) Máquina RUMUL que aplica los esfuerzos cíclicos.

Cada cierto número de ciclos, se paró el ensayo para medir la progresiva longitud incremental de la grieta, usando el microscopio *Confocal* y su software, que permitía medir la longitud entre dos puntos [2]. Una vez propagada la fisura, se enayaron las cuatro probetas a flexión a cuatro puntos tal y como se puede observar en la fig.28 (descrita en el apartado 4.7).



Fig. 28. Detalle de la probeta a ensayar por flexión a 4 puntos (modo I). Nótese que ésta es la misma disposición que la de la medida de la resistencia a flexión (apartado 4.7).

La tenacidad a fractura K_{IC} se calcula a través de una fórmula genérica como la descrita en las ecuaciones 2.1 y 2.2, donde a es el tamaño del defecto, σ_R es el esfuerzo de rotura de la probeta con fisura propagada (calculada con la ecuación 4.4 en el apartado 4.7), e Y es un factor geométrico que depende de la forma del defecto de la probeta y de la forma en que se aplican los esfuerzo (ec. 4.3) en este caso se tomaron los valores del trabajo de Tada & Irwin, que se reproducen en la figura 29 [18].

$$Y = F\left(\frac{a}{b}\right) \quad \text{Ec. 4.3}$$

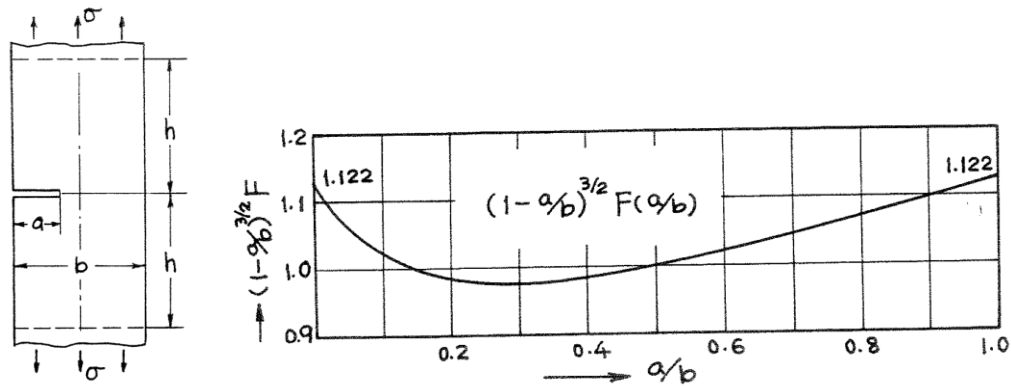


Fig. 29. Método de cálculo de Y para el método SENB, $Y = (1-a/b)^{3/2}$ [18].

4.6 Tratamientos térmicos de recocido

Siguiendo las recomendaciones de AMES y el trabajo de Casas et al. [2], se decidió por tratamientos de una hora en atmósfera de nitrógeno. Además de la temperatura de 920°C indicada en [2], también se efectuaron tratamientos a 1020°C y 1120°C para observar si tal parámetro afectaba apreciablemente la resistencia.

4.7 Medida de la resistencia a flexión

Para calcular la TRS para cada condición, se ensayó cada probeta a flexión a 4 puntos tal y como se describe en la fig. 30. Una vez medida la fuerza vertical aplicada para romperla, se utilizan varias magnitudes dimensionales para calcular la tensión.

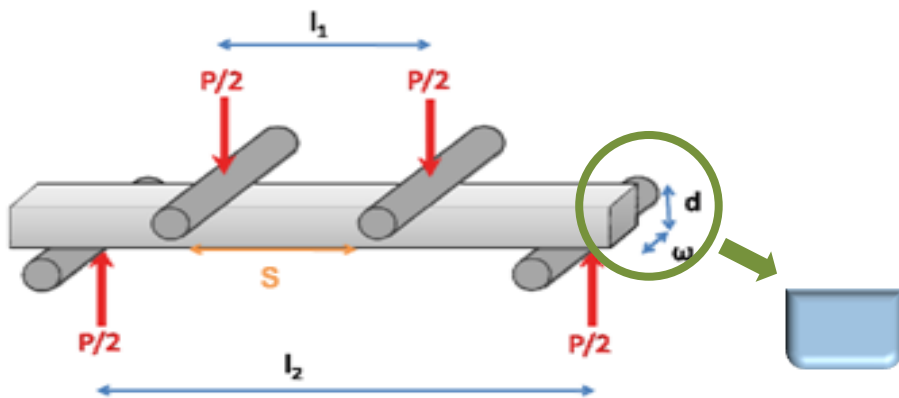


Fig. 30. Diagrama con las magnitudes de un ensayo a flexión, incluyéndose también el aspecto de los chaflanes.

En este estudio se prefiere un ensayo de cuatro puntos en vez de uno de tres porque en el primero la zona sujeta al esfuerzo máximo es una superficie (en la Fig. 30, el segmento S por la anchura w), mientras que en el otro es solo una línea. Con esto, la probabilidad de encontrarse un defecto crítico es mayor y la variación experimental de la medida es menor.

Para el ensayo, se utilizó una máquina servo-hidráulica aplicando una carga vertical de compresión en forma de rampa a una velocidad de 100N/s. Al romperse la probeta, la máquina registra la fuerza máxima realizada, que posteriormente se usará para calcular la resistencia a

flexión según la ecuación 4.4 (donde P es la fuerza de rotura en N , las dimensiones l_1 , l_2 , w , d las mismas de la Fig. 30 en mm, y σ_{rot} la tensión de ruptura en MPa).

$$\sigma_{rot} = \frac{3P(l_2 - l_1)}{2wd^2} \quad \text{Ec. 4.4}$$

El ensayo está estandarizado, con separaciones: $l_1 = 20\text{mm}$, $l_2 = 40\text{mm}$; y dimensiones de la probeta (ya mencionadas): $w = 4\text{mm}$, $d = 3\text{mm}$. En el caso de las probetas cortadas con electroerosión, la dimensión d sería algo menor, por lo que se midió con un pie de rey y se corrigió el cambio dimensional en la ec. 4.4.

4.8 Microscopía Confocal y LSCM

La microscopía *Confocal* presenta una versión más refinada y aguda de la microscopía óptica convencional, y es la preferida para obtener imágenes metalográficas cuando no se necesita la precisión de la microscopía electrónica (véase fig. 31).



Fig. 31. Equipo *Confocal* y LSCM del laboratorio CIEFMA.

Con este equipo se obtuvieron las imágenes de la microestructura de ambas calidades de metal duro después de ser pulidas en acabado especular y atacadas con solución de Murakami. Las figuras 32 y 33 presentan las imágenes obtenidas con *Confocal* y LSCM. También se efectuó una reconstrucción topográfica tridimensional de la superficie de corte para una primera evaluación superficial (fig. 32).

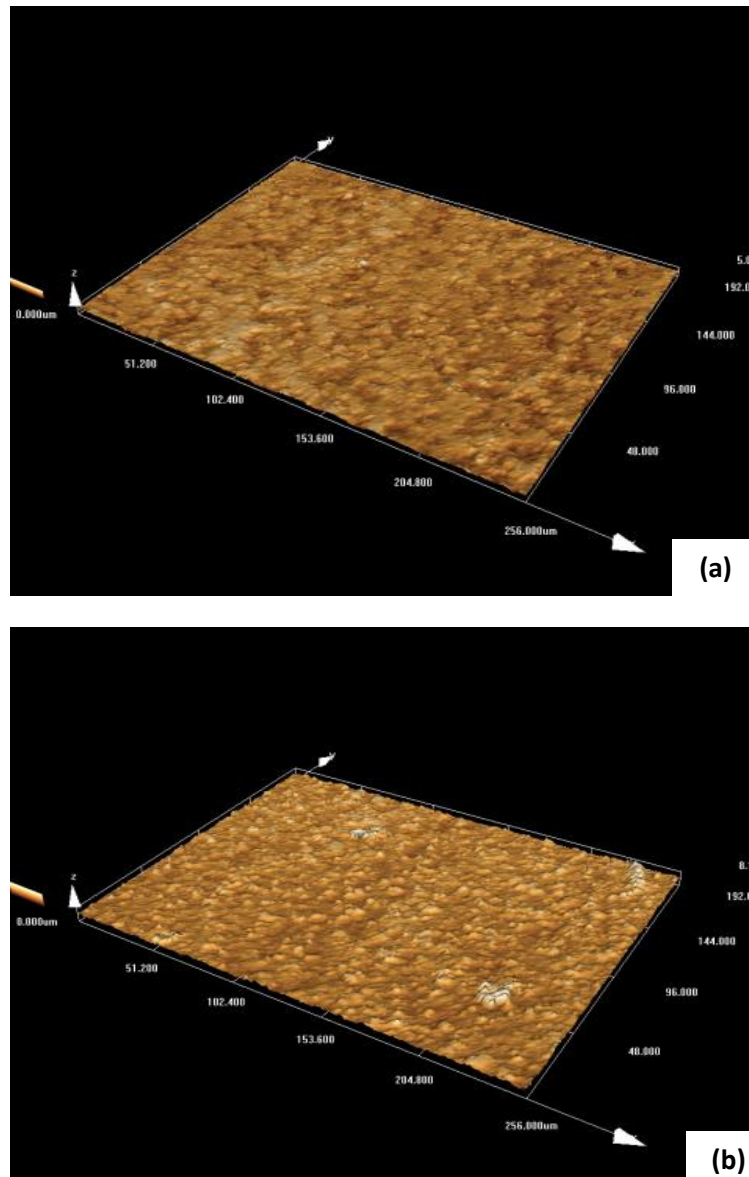


Fig. 32. Reconstrucción topográfica de la superficie cortada por EDM en las calidades GD13 (a) y GD30 (b). LSCM 3D, 50 X.

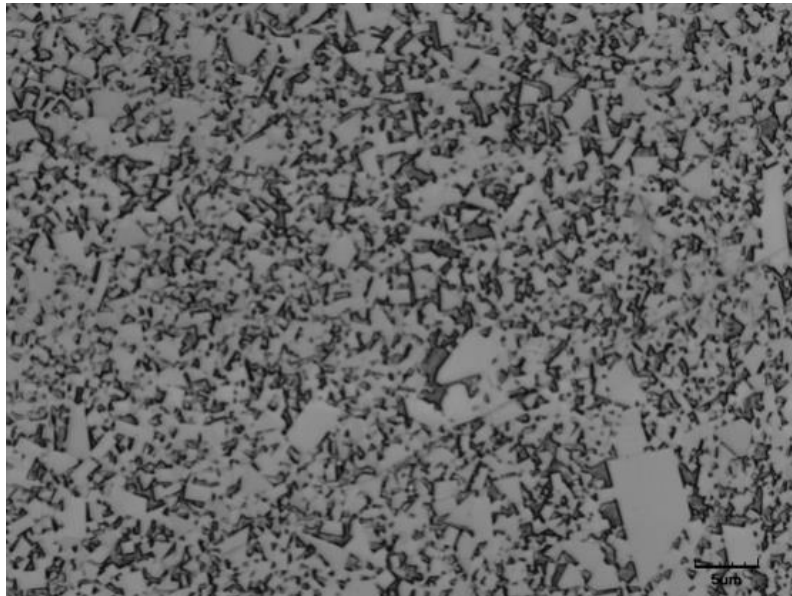


Fig. 33. Micrografía de la superficie de la calidad G30.

4.9 Microscopía electrónica SEM

El microscopio electrónico por rastreo de emisión de campo (*Field Emission Scanning Electron Microscope*, FE-SEM) permite obtener imágenes de una superficie al barrerla con un haz formado por electrones de alta energía.

Los electrones provienen de lo que se conoce como una “fuente fría”, una aguja de tungsteno con una punta de alrededor de 10^{-7} - 10^{-8} m que actúa como cátodo en frente de ánodos primarios y secundarios.

Los electrones son acelerados en un gradiente de campo eléctrico en vacío, y deflectados por lentes electrónicas para conseguir un haz de electrones muy concentrado con el que se bombardea el objeto.

Al bombardear los electrones primarios el objeto, se emiten a su vez electrones secundarios, cuyo ángulo y velocidad es medido por un detector (*scintillator*), que transforma la información captada en señales eléctricas. Tales señales son amplificadas y transducidas hasta obtener una señal adecuada para ser representada en una pantalla.

Debido a que el haz de electrones es unas 1000 veces más pequeño que la resolución de un microscopio óptico, la calidad de imagen es notablemente mayor.

4.10 Espectro EDX

La espectrometría EDX (*Energy-dispersive X-ray spectroscopy*) se basa en el principio de que cada elemento químico genera su espectro característico de rayos X. Cuando un haz de electrones interacciona con un material con suficiente intensidad, su energía es suficiente para arrancar los electrones de las capas más internas de los átomos del material.

Esta pérdida de electrones deja a los átomos en un estado inestable. Sin embargo, éstos tienden a ir inmediatamente a un estado de mínima energía (estable), para lo cual deben ocurrir “saltos” (transiciones) de los electrones de las capas externas a las más internas donde

hubo la pérdida de electrones. Tales “saltos” ocurren siempre de un estado de energía mayor a uno menor, siendo el exceso de energía que hay en la transición liberado en forma de quantum de energía (fotón característico de rayos X).

Esta técnica se utilizó en esta investigación para conocer el contenido de la fase ligante, y la composición general de la superficie cortada por EDM.

4.11 Análisis superficial

4.11.1 Tamaño medio de carburo

Para conseguir la distribución estadística del tamaño de carburo de las calidades GD13 y G30 se procedió a los siguientes pasos, conocidos como el *método de la intercepción lineal*:

- 1) Pulir una cara hasta conseguir acabado especular (véase apartado 4.2.2).
- 2) Efectuar fotografías por vía de microscopía electrónica SEM.
- 3) Imprimir las fotografías en papel.
- 4) Calcar los contornos de grano con rotulador en una hoja de plástico transparente (excluyendo los carburos que no aparecen enteros).
- 5) Escanear y convertir las fotos en ficheros de imagen.
- 6) Con la ayuda del programa *ImageJ*, trazar 7 líneas que atraviesen la imagen, y medir la longitud los segmentos que caigan dentro de cada carburo (véase fig. 34).
- 7) Elaborar tablas estadísticas con las longitudes de tales segmentos.
- 8) Elaborar las distribuciones estadísticas de tales longitudes, analizando las tablas con el programa *Origin*.

Para cada calidad, se analizaron 4 fotografías a 10.000 aumentos.

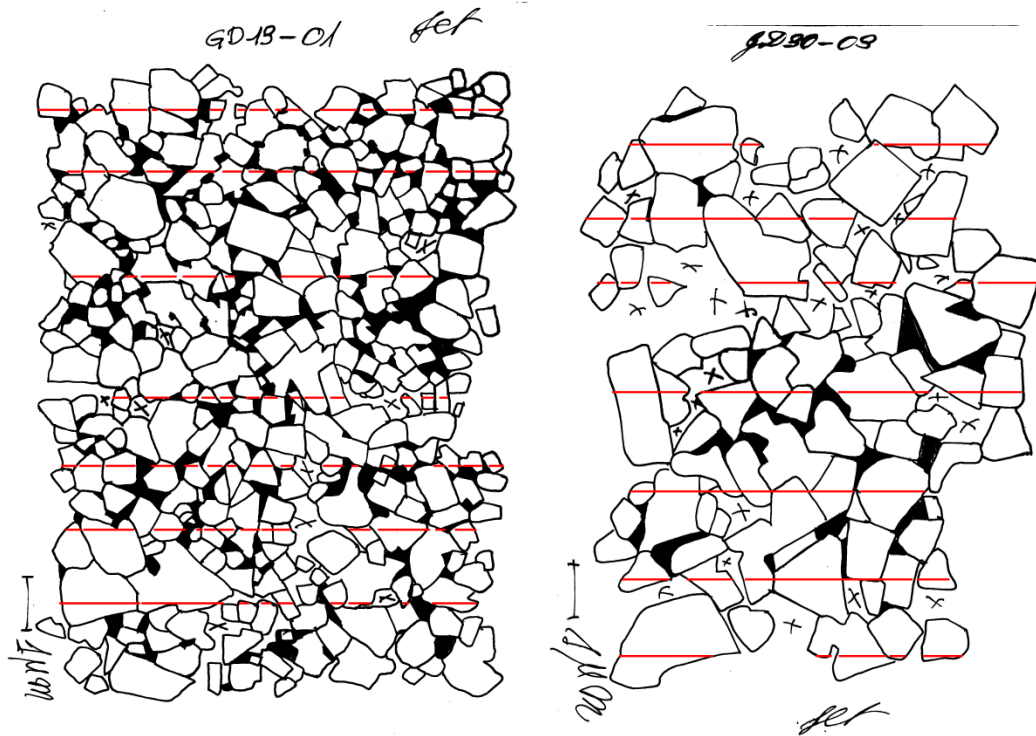


Fig. 34. Micrografías calcadas sobre film transparente y escaneadas de las calidades GD13 y GD30, analizadas con el método de las líneas. El programa ImageJ elabora una tabla con las longitudes de cada segmento.

4.11.2 Análisis fractográfico

Acto seguido a los ensayos de flexión, se estudió la superficie de rotura de varias muestras. El objetivo fue intentar obtener imágenes detalladas de los defectos causantes de fallo al seguir las líneas de rotura (que “apuntan” hacia el inicio de fractura). En el apartado 5.2.5 se observarán con detalle varios ejemplos de superficies analizadas.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Éste apartado se divide en secciones donde se presentan las características intrínsecas del material, y otras que detallan como estas propiedades se ven afectadas por procesos de electroerosión y tratamientos térmicos.

5.1 Caracterización básica de cada calidad

A continuación siguen las magnitudes asociadas a cada una de las dos calidades. Las probetas utilizadas en todos los casos son de las condiciones “RECEPCIÓN” o “PULIDO”.

5.1.1 Rugosidad

Se midió la rugosidad de una cara de la condición “RECEPCIÓN” para las calidades GD30 y GD13, que por consiguiente debería tener unos valores esperados para un acabado de desbaste.

La Tabla 6 lista los parámetros de rugosidad para la condición “RECEPCIÓN”, observándose que la rugosidad media R_a corresponde a valores son típicos de acabado de desbaste, cosa que concuerda con las condiciones del proveedor.

	GD13	GD30
$R_a [\mu m]$	$0,49 \pm 0,06$	$0,36 \pm 0,04$

Tabla 6: Parámetro de rugosidad (R_a) para ambas calidades, condición “RECEPCIÓN”, promedio de 4 mediciones.

En la tabla 7 se incluyen también las medidas de rugosidad para la superficie de corte por EDM.

	GD13	GD30
$R_a [\mu m]$	$0,30 \pm 0,02$	$0,36 \pm 0,05$

Tabla 7, rugosidad media para ambas calidades, condición “EDM”.

5.1.2 Tamaño de carburo

El análisis estadístico del tamaño medio de carburo a partir del método de las líneas mostró para la calidad GD13 unos valores similares a aquellos obtenidos en trabajos previos, cosa que a la vez es un indicador positivo para los resultados de la calidad GD30, que faltaban por conocer (véase fig. 35).

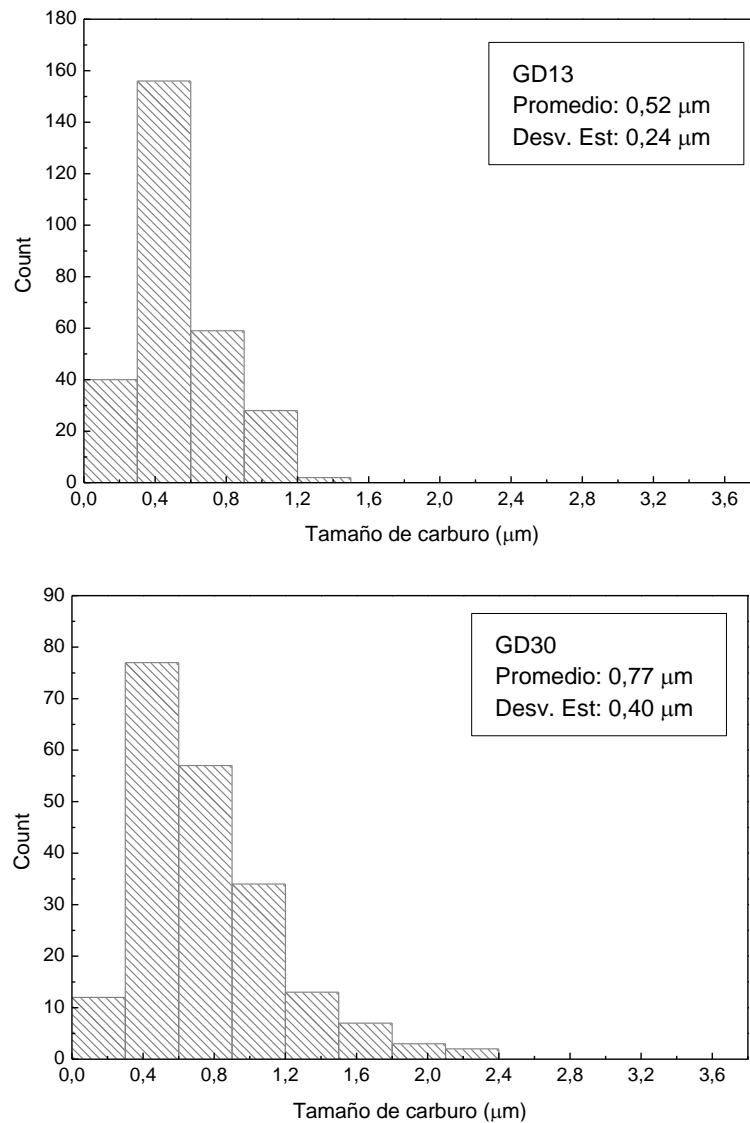


Fig. 35. Histogramas mostrando la distribución del tamaño de carburo para ambas calidades.

5.1.3 Contenido de cobalto

La Tabla 8 muestra el contenido en masa de cobalto de cada calidad, obtenida por espectro EDX.

calidad	% wt. Co
<i>GD13</i>	10,1 \pm 1,1
<i>GD30</i>	12,4 \pm 1,0

Tabla 8: Contenido en masa de cobalto para cada calidad.

Cada valor se obtuvo a partir de varias medidas (alrededor de 4) posteriormente promediadas. Se debe tener en cuenta que el espectro EDX es un método semi-cuantitativo, con un error del 0,5% aproximadamente.

5.1.4 Dureza

La tabla 9 muestra los valores de dureza Vickers de ambas calidades, notándose la elevada magnitud de las medidas. Como ya se ha comentado en el apartado 2.6.2, se sabe que el tamaño de carburo y el porcentaje en ligante tienen una gran influencia en la dureza de los carburos cementados. A menor tamaño de carburo y menor contenido de cobalto, mayor dureza.

calidad	HV30 [GPa]	Co [% masa]	Tamaño medio carburo [μm]
GD13	15,8 \pm 0,2	10,1	0,52
GD30	11,9 \pm 0,2	12,4	0,77

Tabla 9: Dureza Vickers, proporción de cobalto y tamaño medio de carburo para cada calidad.

Así pues, la calidad más dura es la GD13, con un contenido medio de cobalto y un tamaño de carburo inferiores a los existentes en la calidad GD30. Se debe enfatizar también que sólo la calidad GD13 muestra grietas en las esquinas de la indentación observables.

5.1.5 Tenacidad a fractura

Aplicando el método SENB y las fórmulas de Tada & Irwin para $Y = (1-a/b)^{3/2}$, se pudieron medir las tenacidad a fractura de ambas calidades (tabla 10).

Calidad	K_{IC} [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]
GD13	9,1 \pm 0,1
GD30	12,3 \pm 0,1

Tabla 10. Tenacidades a fractura obtenidas por el método SENB, 2 probetas ensayadas por calidad.

5.2 Evaluación de los efectos de la electroerosión y los tratamientos térmicos

5.2.1 Análisis de la superficie de corte

El primer aspecto llamativo de las probetas fue el acabado amarillento presente en la superficie de corte por EDM en la calidad GD13, comparado con la calidad GD30 que presentaba un tono grisáceo más común (véase fig.36).

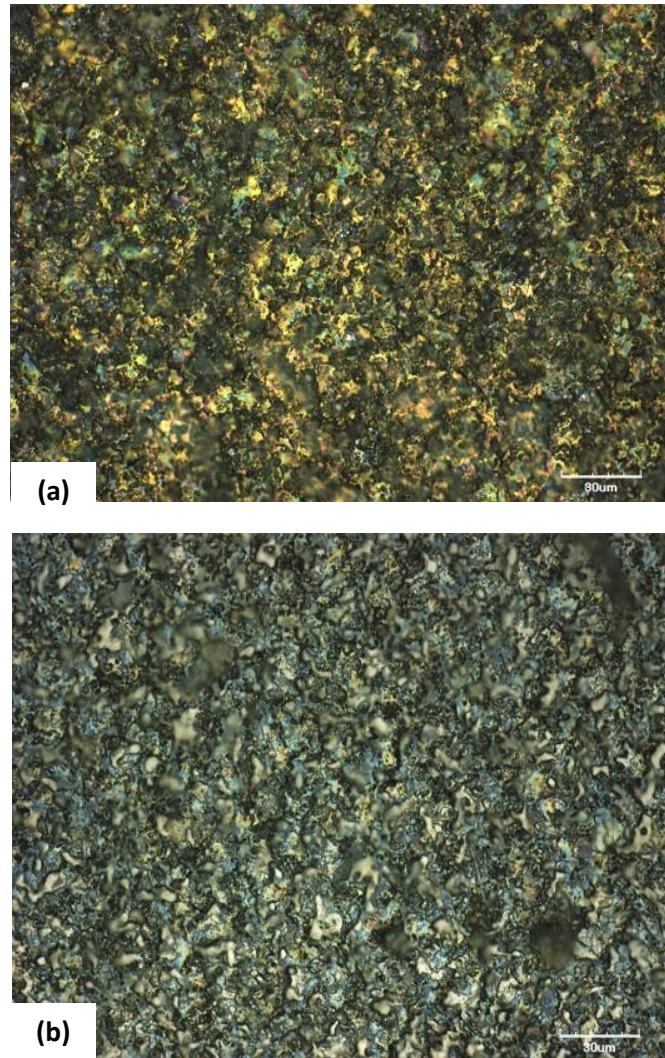


Fig. 36. Superficie cortada por EDM en las calidades GD13 (a) y GD30 (b). Microscopía óptica, 50 X.

El espectro EDX (fig. 37) de ambas superficies mostró que tal aspecto amarillento era fruto de una presencia elevada de cobre, proveniente del hilo usado en el corte por electroerosión. Además, se encontró un contenido en oxígeno más elevado en la calidad GD13, cosa que sugiere que tal calidad tiende más a oxidarse (véase tabla 11).

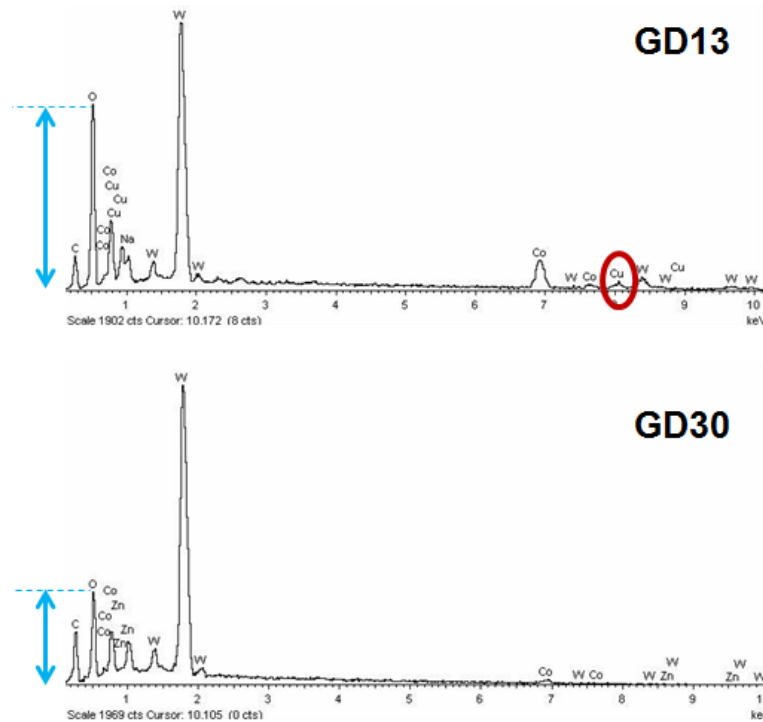


Fig. 37. Espectro EDX para las calidades GD13 y GD30. Nótese en la calidad GD13 los picos de cobre y la mayor concentración de oxígeno.

	C	O	Co	Cu	Zn	W
GD13	8,8	29,8	21,3	5,5	4,4	24,9
GD30	8,2	6,5	14,4	~0	3,3	65,4

Tabla 11. Composición química en masa para cada calidad. Espectro EDX

Al acercarse más a la superficie (5000 aumentos), se observaron zonas blanquecinas, cuyo análisis espectrográfico constató ser el óxido anteriormente mencionado. También se observaron microgrietas en la superficie cortada por EDM, un fenómeno que al no encontrarse en las otras superficies sugiere que éstas son causadas por el corte por electroerosión (véase fig. 38).

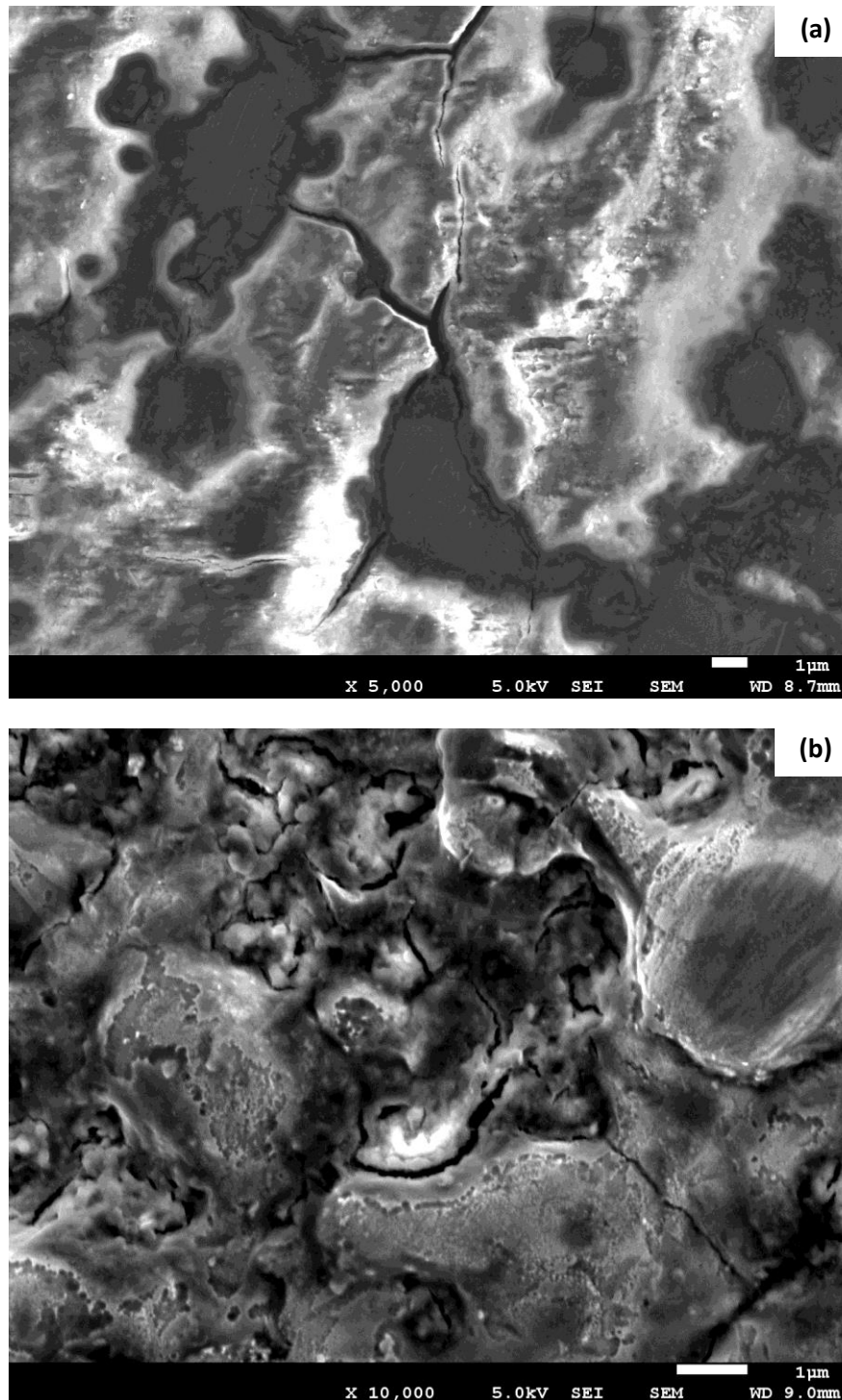


Fig. 38. Imágenes SEM de las superficies de corte para las calidades GD13 (a) y GD30 (b). Obsérvense las zonas blanquecinas (correspondientes a la formación de óxido), especialmente para la calidad GD13. Nótese también las microgrietas en ambas calidades.

5.2.1.1 Observación transversal de la superficie de corte.

Habiendo cortado transversalmente una probeta cortada por EDM, se pulió la superficie hasta alcanzar acabado especular, y se atacó con solución de Murakami para observar el daño de la electroerosión transversalmente. En algunos casos (véase fig. 39) se pueden observar claramente los perfiles de los granos de carburo, habiendo perdido el ligante que los envuelve.

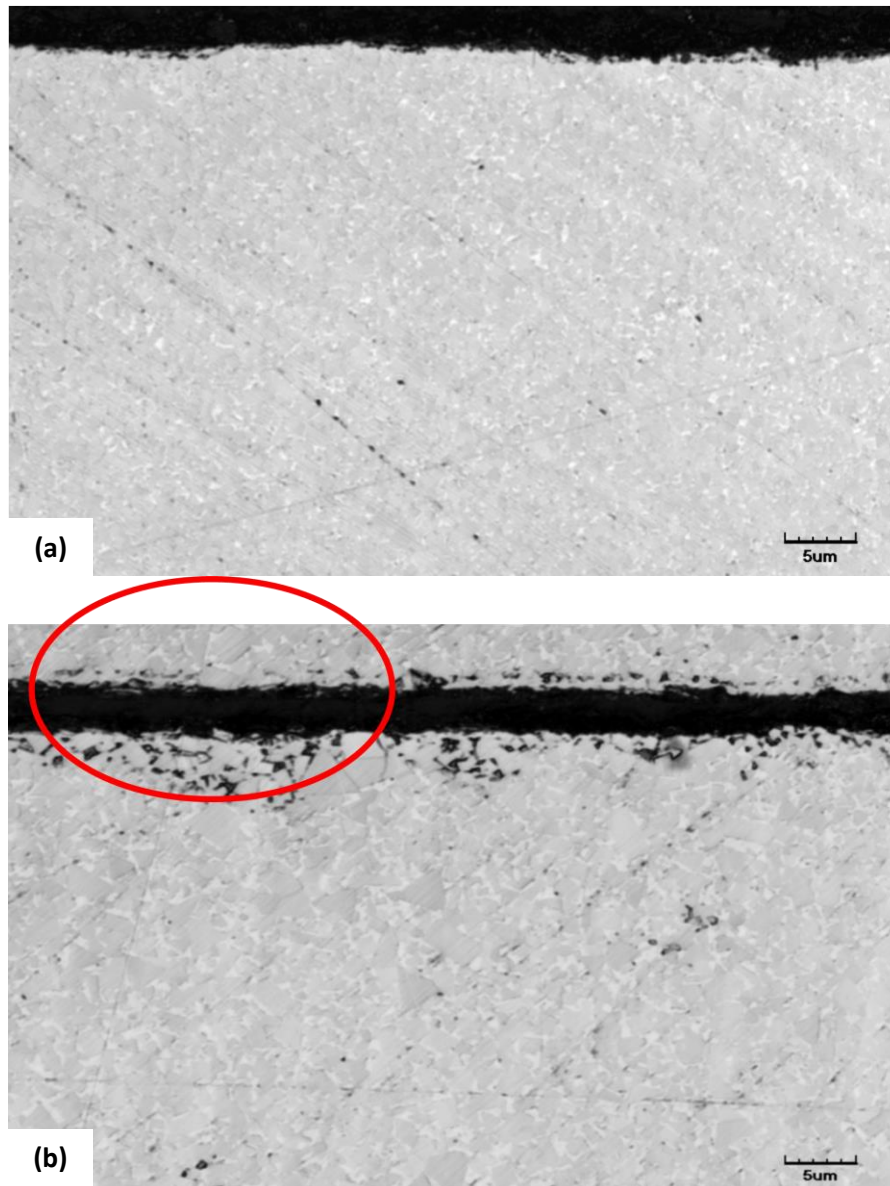


Fig. 39. Imágenes LSCM de la superficie cortada por EDM en GD13 (a) y GD30 (b). Obsérvense las zonas pobres en ligante cerca de la superficie de corte en la segunda calidad

5.2.2 Resistencia a flexión

Debido a la naturaleza frágil de los carburos cementados y a la presencia de defectos preexistentes que actúan como puntos críticos iniciadores de fractura, una vez rota la probeta se deben analizar las superficies de rotura con FE-SEM. La tabla 12 muestra los resultados obtenidos en los ensayos a flexión.

Como se puede constatar, el mecanizado por electroerosión causa una marcada degradación en ambas calidades, cosa que concuerda con los hallazgos reportados en la ref. [2] (que indican caídas de hasta el 50%). Las condiciones del tipo “NO_EDM+T.T.” que pretendían controlar el efecto de los tratamientos térmicos sobre probetas del tipo “RECEPCIÓN” no mostraron cambios significativos, por lo que no se incluyen. La fig. 40 representa gráficamente el contenido de la tabla 12, pudiéndose observar más intuitivamente los cambios de resistencia en cada condición.

Resistencia a flexión [MPa]		
Condición	GD13	GD30
“PULIDO”*	3026 ± 195	2500 ± 398
“RECEPCION”*	2282 ± 380	2050 ± 235
“EDM”	1334 ± 133	1826 ± 87
“EDM-920”	1477 ± 224	2122 ± 91
“EDM-1020”	1553 ± 57	2020 ± 113
“EDM-1120”	1563 ± 56	1947 ± 272

Tabla 12: Valores de resistencia media a flexión para cada condición y calidad.

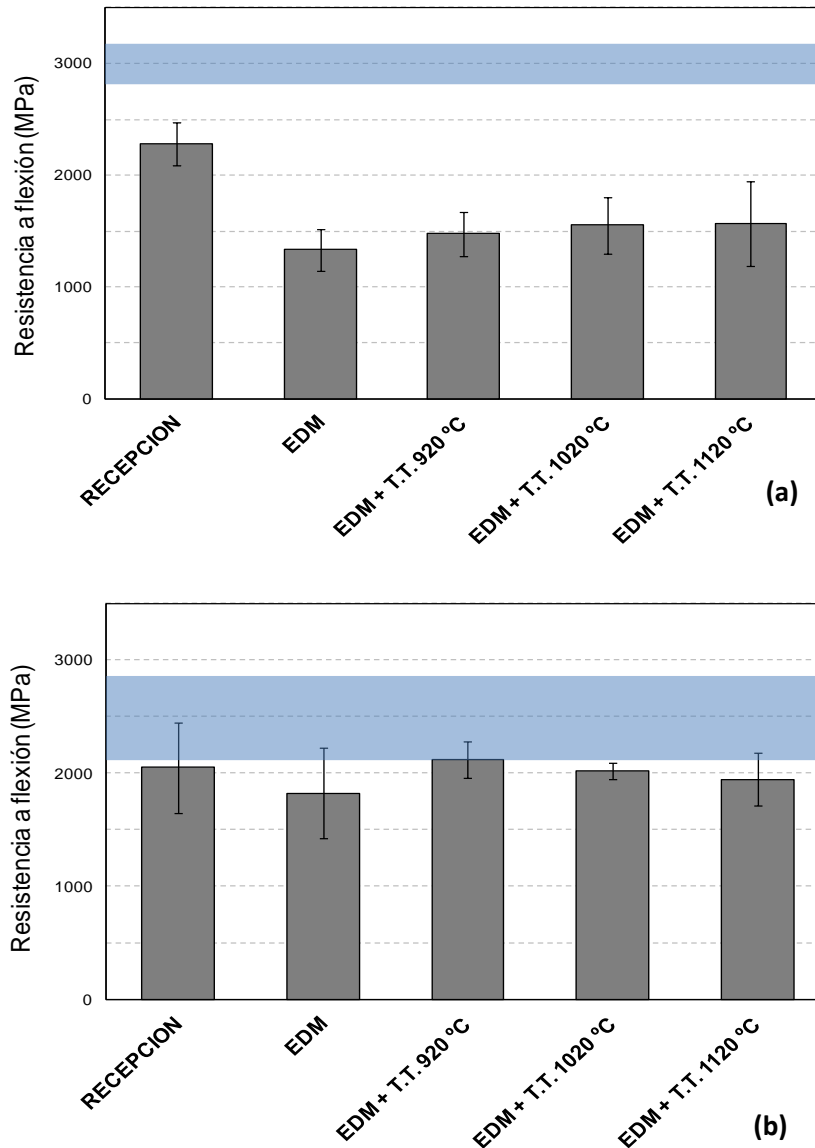


Fig. 40. Gráficos para la resistencia a flexión de cada condición, para las calidades GD13 (a) y GD30 (b). La banda azul representa los valores de la condición “PULIDO”, que se toma como la resistencia intrínseca de referencia.

5.2.2.1 Resistencia intrínseca y defectos superficiales

En primer lugar se constata que la calidad GD13 posee una resistencia intrínseca (banda azul, condición “PULIDO”) más elevada que la calidad GD30, cosa ya sabida y la principal razón por la que se decidió estudiar tal calidad.

Sin embargo se observa como cualquier tratamiento o imperfección superficial (presentes en la condición “RECEPCIÓN”) causa una degradación importante de la resistencia, más marcado en la calidad GD13. La disminución de ésta entre “PULIDO” y “RECEPCIÓN” en la calidad GD13 es del 24%, mientras que en la calidad GD30 es del 18%.

Debe recordarse que la condición “PULIDO” es inviable de cara al uso industrial, debido al elevado costo y complejidad de obtener acabados superficiales especulares, presentando la

condición “RECEPCIÓN”, con su acabado de desbaste unas características más realistas y cercanas a la realidad.

5.2.3 Efecto de la electroerosión

Se observa una clara caída de la resistencia de las probetas al ser cortadas por electroerosión, cosa ya esperada. Otra vez nótese como la calidad GD13 es mucho más sensible al tratamiento, con una disminución de la resistencia del 41% comparada con el 11% de la calidad GD30.³

Tales valores de resistencia son los efectivos, en términos de diseño, para la empresa AMES. La degradación tan marcada de la resistencia de la calidad GD13, por debajo de la calidad GD30 (1334 GPa y 1886 GPa, respectivamente) hace que se prefiera actualmente el uso de la última.

5.2.3.1 Efecto intrínseco de los tratamientos térmicos en el material y diferencias entre temperaturas

Para los tratamientos térmicos se observa como las tres temperaturas de recocido conducen a resultados similares. La discrepancia máxima⁴ entre los tratamientos en las calidades GD13 es de 6%, y del 9% respectivamente.

5.2.4 Efectividad de los tratamientos térmicos en la mejora de la resistencia de las piezas cortadas por electroerosión

Finalmente falta evaluar la efectividad de los tratamientos térmicos en la recuperación de la resistencia de las piezas tratadas por electroerosión. Aunque como se acaba de ver las tres temperaturas conducen a resultados similares, se dan algunas diferencias.

En ambas calidades se aprecia una recuperación significativa de la resistencia, aunque ésta es mucho más destacable en la calidad GD30. Ello indica la presencia de tensiones internas, que son relajadas gracias a los tratamientos térmicos.

El hecho de que en todos los casos (excepto uno⁵) la resistencia no se recupere completamente se puede deber a la existencia de otros defectos introducidos por el corte por electroerosión, como microgrietas causadas por gradientes de temperatura elevados, o zonas donde se haya evaporado el ligante.

Finalmente, la Tabla 13 resume la situación general. En el caso de la calidad GD30, cualquier tratamiento causa sólo una pequeña disminución de la resistencia. Así pues, el corte por electroerosión sólo disminuye la TRS ligeramente (introduciendo tensiones residuales mayoritariamente), y los tratamientos térmicos recuperan gran parte de ésta.

³ A partir de aquí se toma la condición “RECEPCIÓN” como referencia, debido a la realidad “práctica” (industrial) que eso implica (como ya se ha mencionado), y a que ninguna de las probetas cortadas o tratadas se había sometido a pulido.

⁴ Tomada, en cada una de las dos calidades, como la diferencia entre los dos valores extremos de la TRS para los tres tratamientos térmicos, y dividida por el promedio de los tres valores.

⁵ El incremento del +3% es pequeño y no significativo, y se ha originado por la simple variancia estadística.

Condición	GD13	GD30
"EDM"	-41%	-11%
"EDM+T.T. 920°C"	-35%	+3%
"EDM+T.T. 1020°C"	-32%	-1%
"EDM+T.T. 1120°C"	-32%	-5%

Tabla 13: Resistencia de cada condición respecto a "RECEPCIÓN"

Por el contrario, un escenario más adverso se presenta para la calidad GD13, que parece mucho más sensible a cualquier tratamiento. Así pues, la electroerosión afecta muy negativamente a su resistencia, y aunque los tratamientos térmicos ofrezcan una mejora significativa, la resistencia sigue siendo mucho menor a la inicial, e inferior a la de la calidad GD30 en condiciones idénticas.

Todo eso hace pensar que, en la calidad GD13, además de tensiones residuales, el corte por electroerosión introduce gran cantidad de otros defectos que no pueden ser eliminados por tratamientos térmicos.

Debido a que las tres temperaturas de los tratamientos térmicos ofrecen resultados muy similares, para simplificar las comparaciones, a partir de ahora sólo se discutirá "EDM+T.T.920°C", pues implica un coste unitario menor.

5.2.5 Análisis fractográfico

Para un grupo de probetas se decidió intentar especificar la causa de fallo por vía del análisis fractográfico, es decir, intentar localizar visualmente el defecto causante de la rotura a través de la microscopía electrónica SEM.

A continuación sigue una descripción de los tipos de fallo crítico encontrados en las condiciones más representativas: "PULIDO", "RECEPCIÓN", "EDM", y "EDM+T.T. 920°C". Puesto que se trata de un análisis cualitativo en vez de cuantitativo, ambas calidades (GD13 y GD30) son inspeccionadas indistintamente, pues ambas presentan los mismos mecanismos de fractura (aunque se tiene en cuenta la distinta incidencia de éstos).

Para la condición "PULIDO" la causa de rotura principal es un carburo interno anormalmente grande, y para "RECEPCIÓN" hay que añadir los defectos superficiales, que normalmente son también carburos. En el caso de probetas mecanizadas por EDM, los fallos son superficiales, y concuerdan con lo detallado en la ref. [2].

Para todas las probetas analizadas se medirá el tamaño aproximado del defecto crítico, que será utilizado en el apartado 5.3 para demostrar la presencia de tensiones residuales.

5.2.5.1 "PULIDO"

En este caso se pretende encontrar el mecanismo "natural" de fractura del material, es decir, el defecto crítico que causa la rotura cuando no hay presencia ni de defectos superficiales (eliminados por el pulido), ni microgrietas, ni tensiones residuales (pues ambas solo aparecen

durante la electroerosión). Se considera que tales defectos son intrínsecos al proceso de fabricación de la calidad, y que por lo tanto no se pueden eliminar.

Como se puede observar en las figuras 41 y 42, el defecto crítico es un grano con un tamaño varias desviaciones estándar mayor que la media, situado dentro del volumen del material pero cerca de la superficie (pues es donde las tensiones fruto de la flexión son mayores). Ambas calidades presentan ejemplos muy similares.

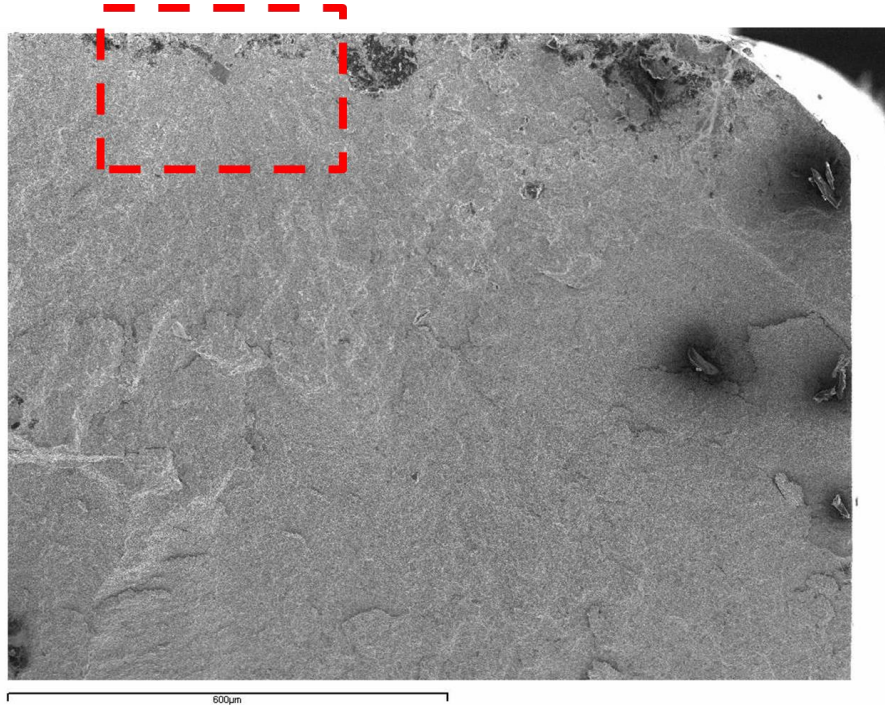


Fig. 41. GD30. Vista general, las líneas de fractura apuntan hacia la parte superior central. En la esquina superior derecha se observa el chaflán de la probeta.

El aspecto de la superficie de fractura acostumbra a indicar el origen de la rotura con unas “líneas” de rotura, que parecen apuntar al emplazamiento del defecto (En la fig. 49 puede observarse un caso de líneas de rotura muy visibles).

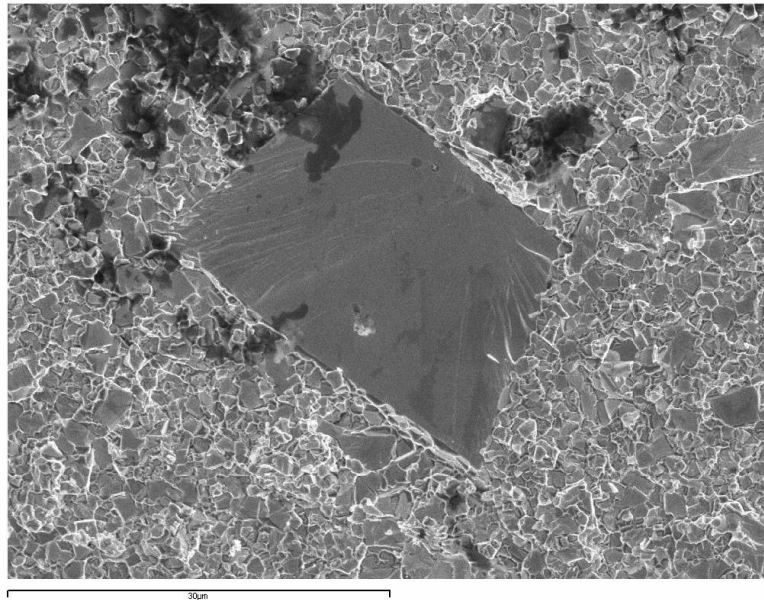


Fig. 42. GD30. Origen de la fractura, en éste caso es un típico carburo de gran tamaño de alrededor de 30µm (comparar con el promedio de 0,77µm para la calidad GD30).

5.2.5.2 “RECEPCIÓN”

En éste caso, la superficie tiene un acabado de desbaste, por lo que hay que añadir a la ecuación la posibilidad de defectos superficiales. Como se observa en las figuras 43 y 44, se constata que el causante de la rotura era un carburo excesivamente grande situado en la superficie, actuando como concentrador de tensiones. También se encuentran algunos granos subsuperficiales grandes en algunos especímenes, como en el apartado anterior.

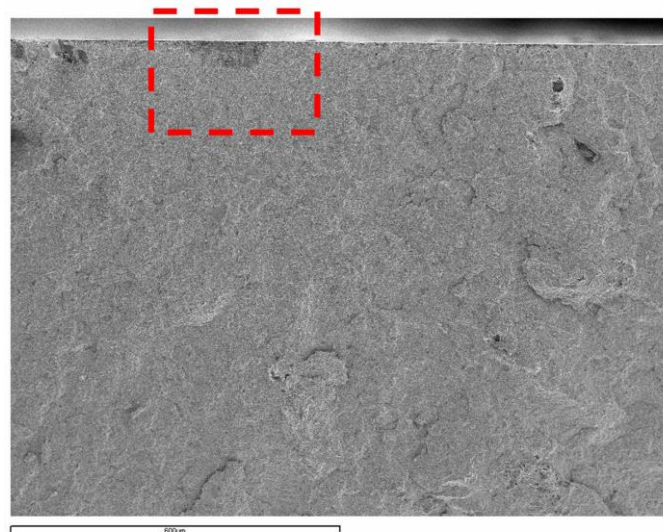


Fig. 43. GD30. Vista general. Las líneas de rotura apuntan hacia la cara superior. Parece haber alguna imperfección.

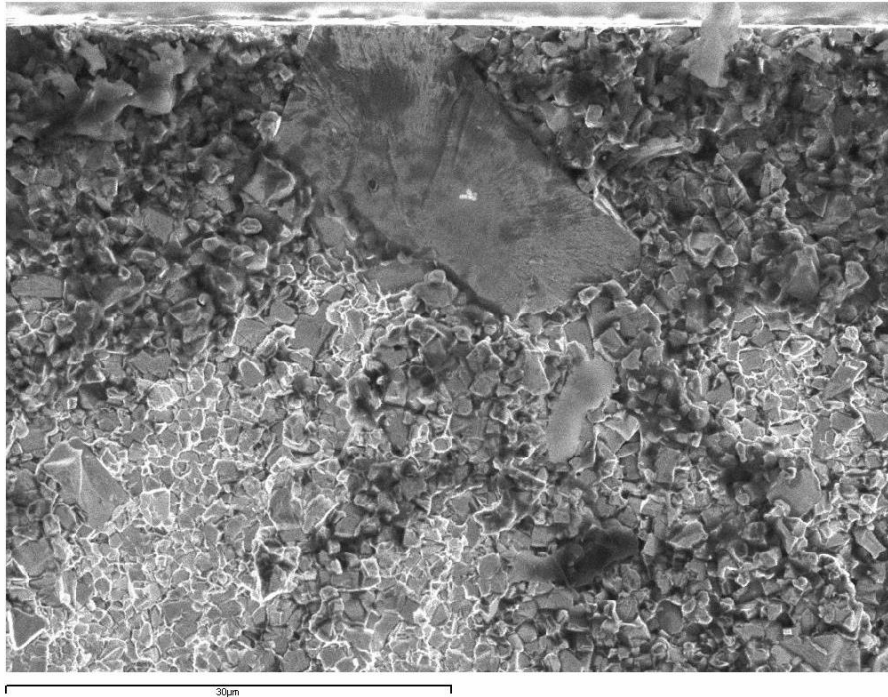


Fig. 44. GD30. La imperfección es un carburo superficial anormalmente grande de unos 25µm.

5.2.5.3 “EDM-NO- T.T.”

Al introducir el factor del corte de electroerosión, al número de causantes de fallo se le han de añadir las tensiones residuales, las microgrietas, y las zonas pobres en ligante. Sin embargo, su incidencia difiere en ambas calidades.

Así pues, en la calidad GD13, el tipo de fallo más común es, como se había indicado, el defecto causado por la electroerosión. La fig.45 muestra un defecto crítico causado por una zona superficial donde se ha evaporado el ligante de cobalto, resultando en una degradación de la integridad microestructural del material. La fig. 46 muestra la aparición de microgrietas causadas por la dilatación no uniforme del material.

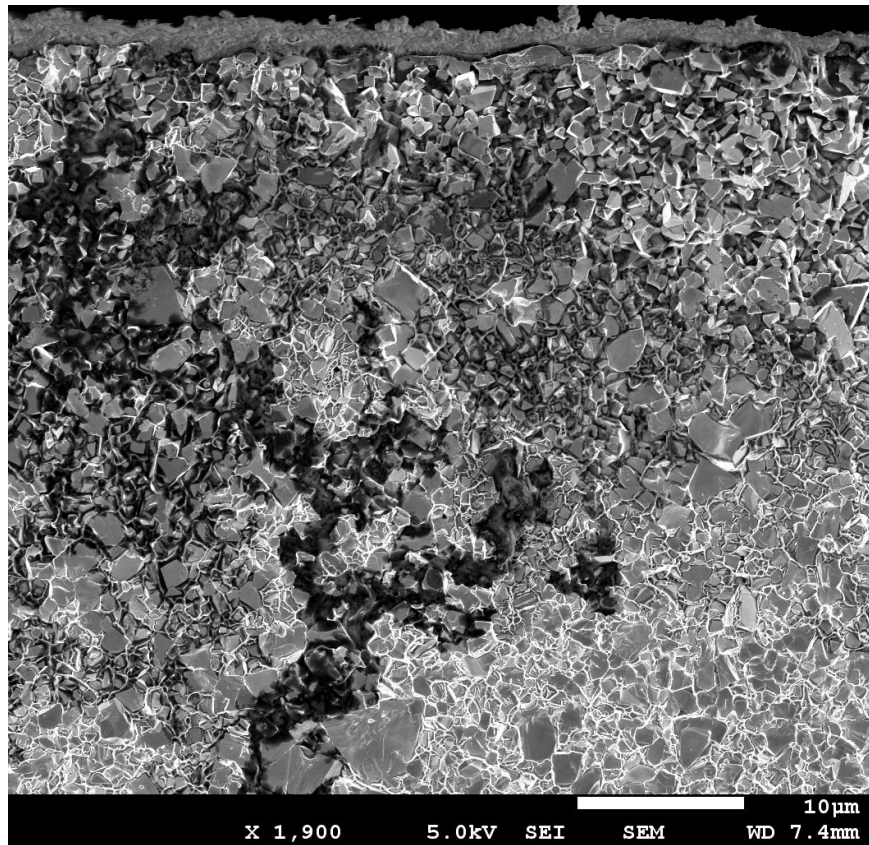


Fig. 45. GD13. El origen de la fractura es una zona pobre en ligante.

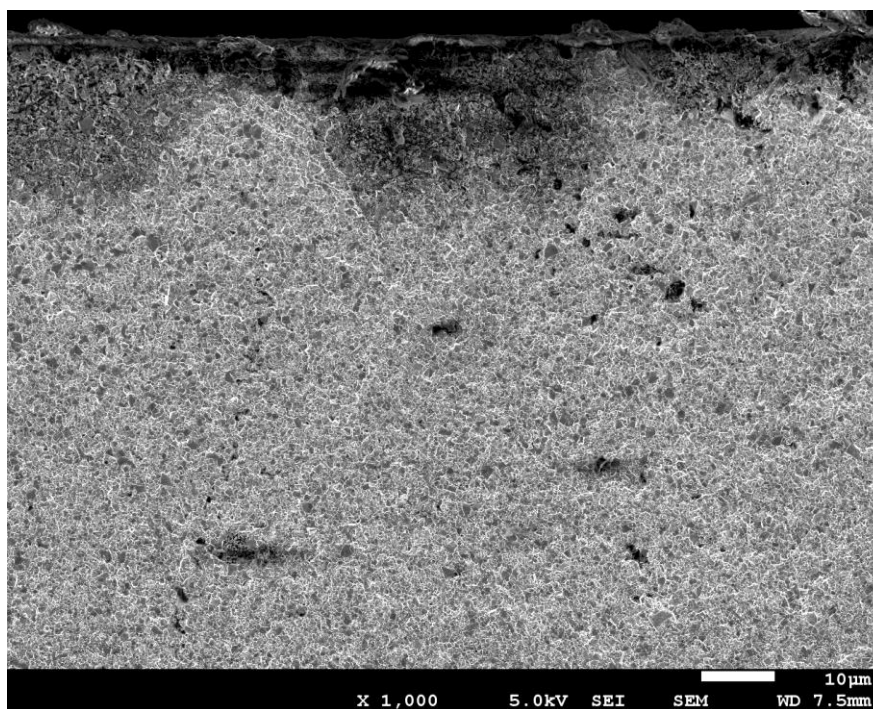


Fig. 46. GD13. La causa de la rotura parecen ser microgrietas.

En el caso de la calidad GD30, ésta parece no ser tan sensible a la electroerosión, presentando en muchos casos aún roturas causadas por granos de carburo excesivamente grandes, como es el caso de las figuras 47 y 48.

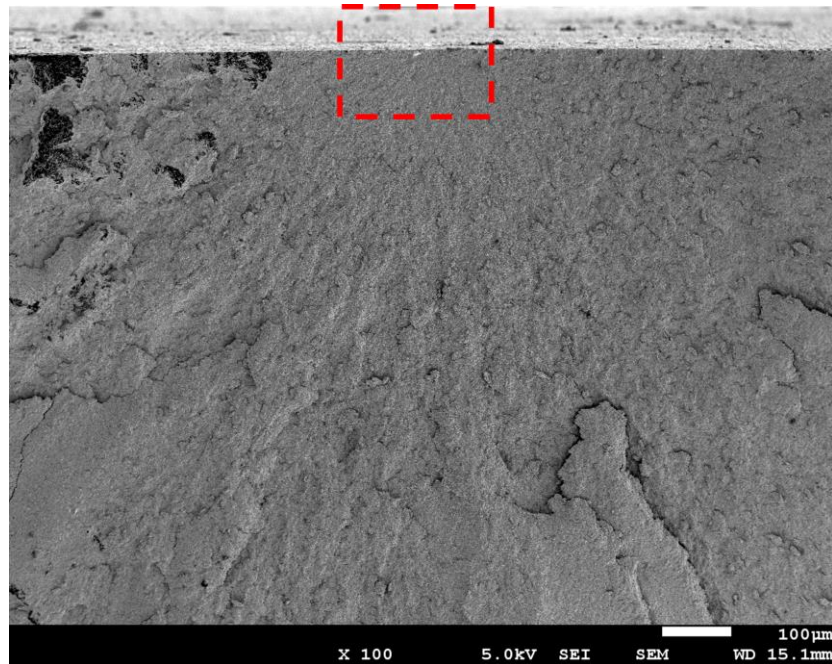


Fig. 47. Las líneas de rotura apuntan claramente hacia el centro de la cara superior.

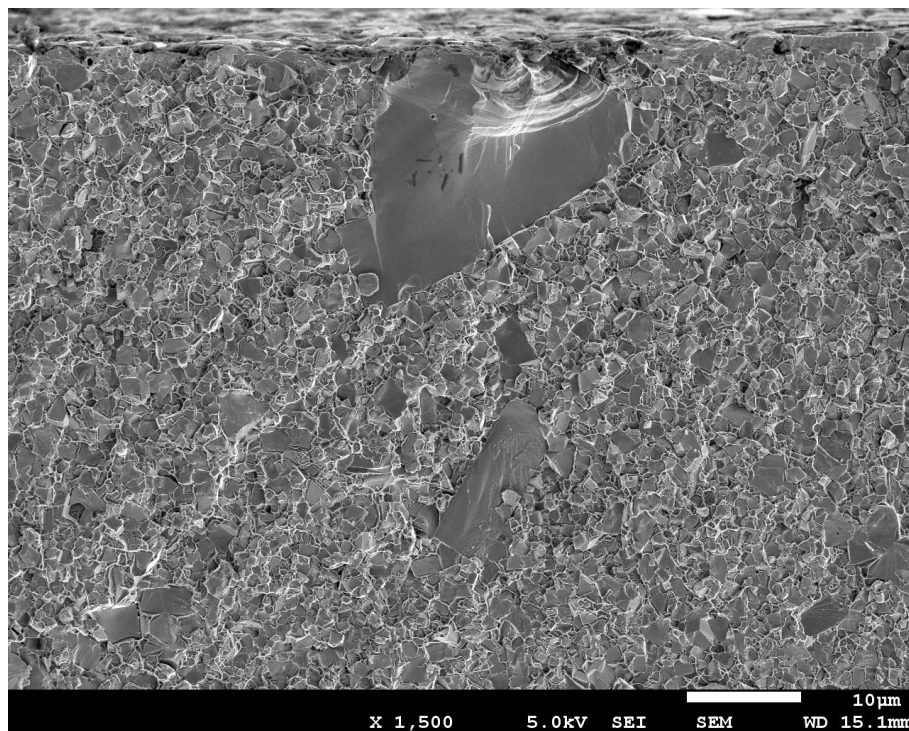


Fig. 48. El causante de la rotura es un carburo anormalmente grande de unos 20µm (respecto a la media de 0,77µm).

En otros casos, al seguir las líneas de rotura no se pueden apreciar anomalías microestructurales que puedan juzgarse como las iniciantes de la rotura. En estos casos, se especula que las tensiones residuales fruto de la electroerosión deben jugar un papel relevante (por ejemplo, figgs. 49 y 50). En el apartado 5.3 se demostrará que aunque no sean visibles, efectivamente hay una elevada concentración de tensiones residuales que causan la rotura prematura del material. En la calidad GD30, la cantidad de casos donde la causa aparente son tensiones residuales es más elevada.

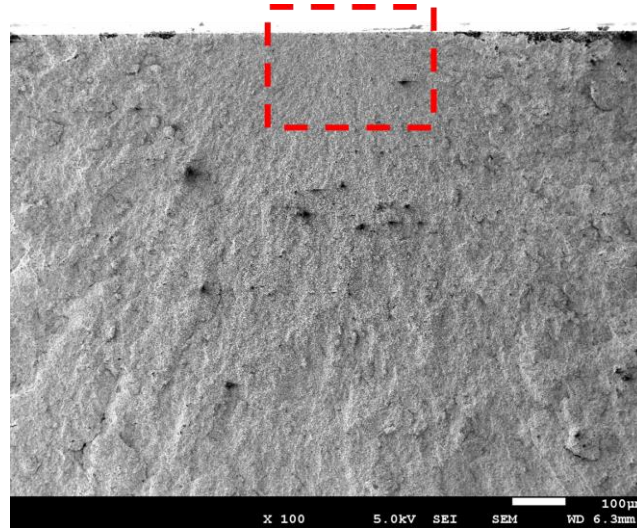


Fig. 49. Las líneas de rotura parecen apuntar hacia el centro de la cara superior. 100 aumentos.

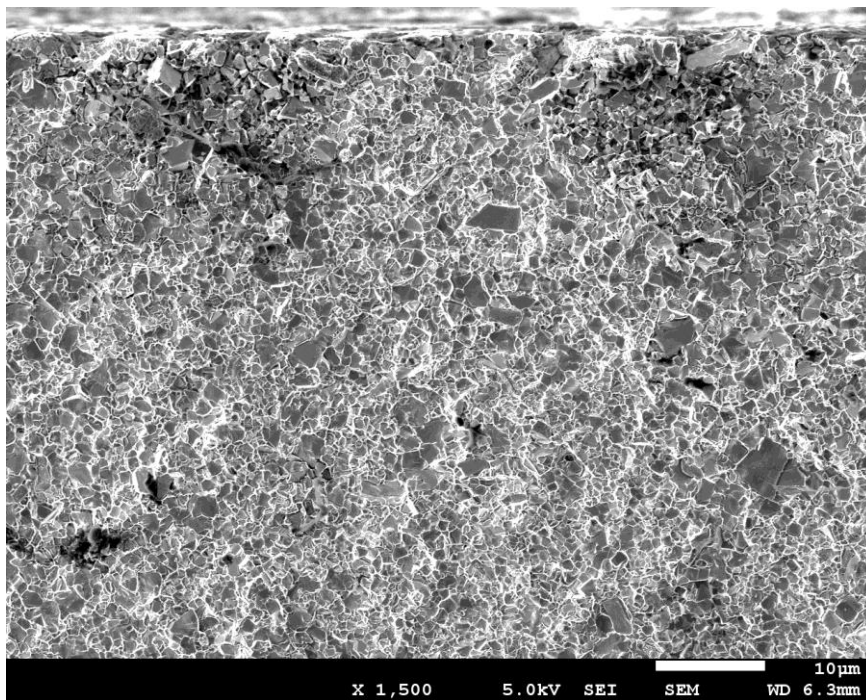


Fig. 50. Sin embargo, no parece haber ningún defecto visible. 1.500 aumentos.

5.2.5.4 “EDM+T.T. 920°C”

Después de aliviar las tensiones residuales, en la calidad GD30 la mayoría de defectos críticos son los mismos que antes de la electroerosión: carburos anormalmente grandes, como en la fig. 51, sin embargo, en la calidad GD13 se presentan casos similares a los de piezas mecanizadas por EDM y no sometidas a tratamientos térmicos de recodido.

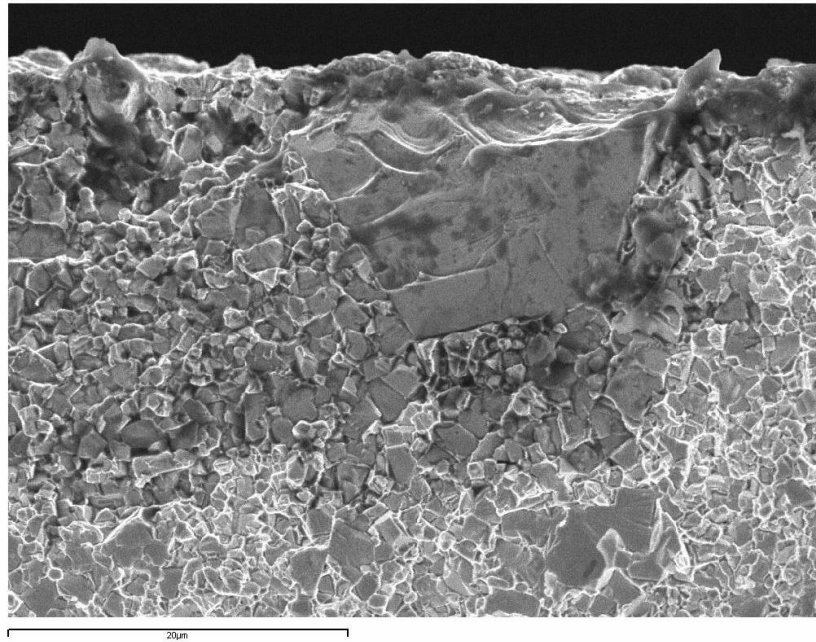


Fig. 51. El defecto crítico es un carburo anormalmente grande, de unos 20µm (respecto a la media de 0,77µm).

5.3 Presencia de tensiones residuales en las condiciones con EDM

Como se ha observado en el apartado 5.2, al analizar algunos orígenes de fractura para probetas con EDM y sin tratamiento térmico, no se ha podido encontrar un defecto aparente (carburo grande, falta de ligante, etc.), y se ha especulado que la causa de fallo son las tensiones residuales. Para corroborar tal afirmación se hará uso de la MFEL para evaluar indirectamente la presencia de tales tensiones.

El trabajo de Casas [24] modela los defectos superficiales como fisuras elípticas de anchura $2c$ y profundidad a (véase fig. 52), mientras que los defectos interiores los define como esferas ideales de radio a .

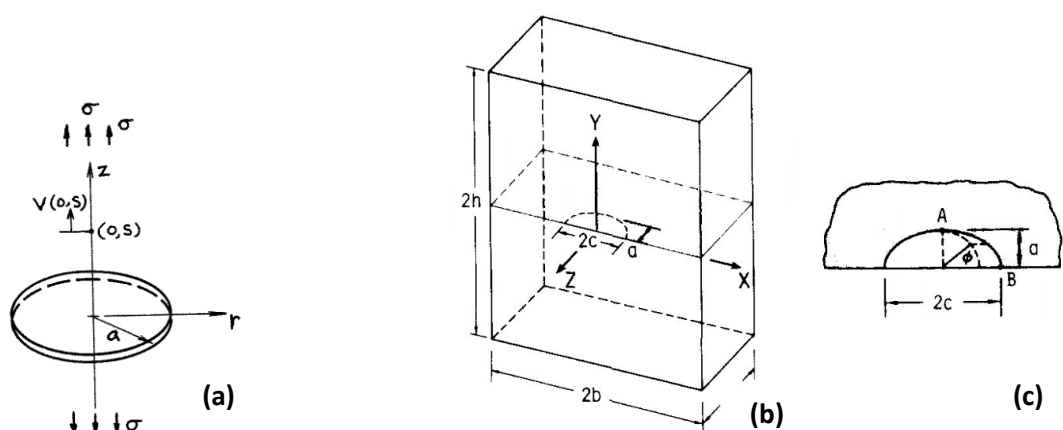


Fig. 52. Descripción geométrica de un defecto de tipo (a) esférico de radio a , para defectos interiores [18] (b y c) defecto semioval de anchura $2c$ y profundidad c [19].

En el caso del defecto circular, encontrado dentro del cuerpo de la probeta y correspondiente a un carburo excesivamente voluminoso, Tada & Irwin dan un cociente geométrico $Y = 2/\pi$. Por otro lado, para la grieta semioval uno se tiene que referir a las complejas ecuaciones empíricas de Newman & Raju, en cuyo caso Y depende del cociente a/c , que se ha obtenido por observación a través de microscopía SEM.

Así pues, gracias a la MFEL se puede obtener un tamaño de defecto crítico teórico. A continuación se observa que en el caso de las condiciones con EDM difiere notablemente de tamaño de defecto observado, tal y como se puede constatar en la tabla 14.

Calidad	K_{IC} [MPa·m ^{1/2}]	Condición	a_c teórico [μm]	a_c experimental [μm]
GD13	9,1 ± 0,1	"PULIDO"	7,1	6,6
		"RECEPCIÓN"	18,0	14,3
		"EDM"	59,2	17,8
		"EDM+T.T. 920"	29,8	11,0
GD30	12,3 ± 0,1	"PULIDO"	19,0	17,8
		"RECEPCIÓN"	37,9	33,3
		"EDM"	41,5	25,4
		"EDM+T.T. 920"	26,4	20,3

Tabla 14. Comparativa de los tamaños de defecto a_c calculados a través de la tenacidad a fractura por la MFEL vs. tamaño de defecto observado en microscopía SEM.

La falta de correspondencia 1 a 1 entre ambos valores (véase fig. 53), más allá de los errores relacionados con las mediciones experimentales y las simplificaciones del modelo, se puede atribuir a la presencia de tensiones residuales en la superficie del material que no son consideradas en la estimación del tamaño de defecto crítico (por ejemplo [33]).

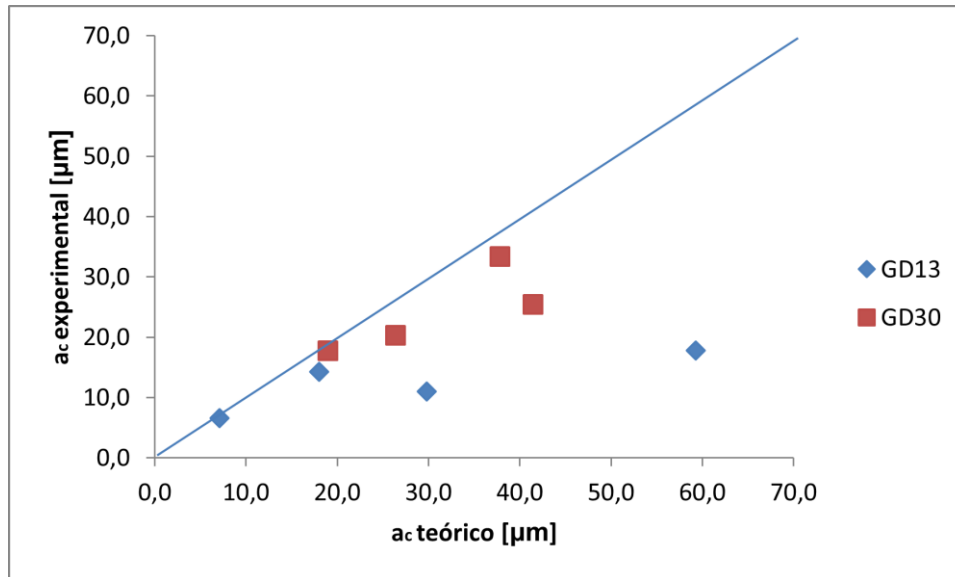


Fig. 53. Tamaño del defecto crítico identificado experimentalmente mediante SEM en función del estimado a partir de la MFEL. La línea diagonal indica $a_{\text{teórico}} = a_{\text{experimental}}$. Nótese como todas las mediciones se encuentran por debajo de esta línea, sobretudo en la calidad GD13.

Para evaluar las tensiones residuales se puede aplicar el principio de superposición de factores de intensidad de tensiones, tanto del campo de esfuerzo aplicado (K_{apl}) como de los esfuerzos residuales (K_{res}), relacionándose el factor de intensidad de tensiones total (K_{tot}) con la tenacidad de fractura del material (K_{Ic}), como se muestra en la ecuación 5.1.

$$K_{tot} = K_{apl} + K_{res} = K_{Ic} \quad \text{Ec.5.1}$$

A pesar de esperar que las tensiones residuales introducidos durante el proceso de mecanizado por electroerosión exhiban una distribución heterogénea (siendo máxima cerca de la superficie y disminuyendo rápidamente hacia el interior del material [24]), para simplificar se puede asumir una distribución uniforme de éstas en una zona de tamaño similar a la de los defectos inducidos por electroerosión. Bajo esta consideración, la ecuación anterior se puede reformular como la ecuación 5.2, siendo σ_{res} la tensión residual media

$$K_{tot} = Y(\sigma_R + \sigma_{res})\sqrt{\pi a} = K_{Ic} \quad \text{Ec. 5.2}$$

La tabla 15 muestra las tensiones residuales estimadas por este método. Obsérvese como éstas aumentan marcadamente en la calidad GD13 al cortarla por electroerosión, y como a su vez el tratamiento térmico sólo las reduce modestamente, cosa que concuerda con la marcada degradación de la resistencia a rotura anteriormente discutida. En cambio, para la calidad

GD30, las tensiones residuales permanecen más contenidas, y los tratamientos térmicos demuestran una efectividad relativamente mayor.

Calidad	Condición	$\sigma_{residual}$ [MPa]
GD13	"PULIDO"	125
	"RECEPCIÓN"	279
	"EDM"	1100
	"EDM+T.T. 920"	951
GD30	"PULIDO"	87
	"RECEPCIÓN"	135
	"EDM"	510
	"EDM+T.T. 920"	298

Tabla 15. Estimación de las tensiones residuales para ambas calidades en distintas condiciones.

Los valores positivos, como los de la tensión de rotura, corroboran que las tensiones residuales son de tracción.

6. CONCLUSIONES

6.1 Caracterización básica

La los resultados obtenidos en caracterización básica para las dos calidades estudiadas (GD13, GD30) concuerdan con las especificadas por el fabricante, y a la vez son consistentes con su composición esperada.

Ambas calidades presentan la resistencia a rotura más elevada en la condición de “*PULIDO*” (tomada como resistencia intrínseca o de referencia), siendo la de la GD13 superior a la GD30.

El acabado superficial puede afectar la resistencia a la rotura, pues introduce ciertos defectos superficiales que pueden actuar como concentradores de tensiones, siendo la calidad GD13 más sensible a tales cambios.

El análisis fractográfico corrobora que los principales causantes de la rotura del material son los granos de carburo de tamaño varias desviaciones tipo superiores a la media, que actúan como concentradores de tensiones.

6.2 Efecto del corte por electroerosión en las calidades GD13 y GD30

Se ha constatado que el proceso de corte por electroerosión afecta negativamente la resistencia a rotura de las calidades GD13 y GD30. El análisis fractográfico corrobora la creencia de que tal pérdida de resistencia es causada por la aparición de defectos asociados a las altas temperaturas durante la electroerosión.

Tales defectos consisten en: microgrietas, causadas por la dilatación no uniforme del material a causa de las elevadas temperaturas; zonas pobres en ligante (cobalto), dónde éste se ha evaporado al presentar una temperatura de fusión inferior a la del carburo; y tensiones residuales, también causadas por cambios dimensionales debidos a la dilatación.

Estas tensiones residuales, aunque no se han medido directamente, se han podido constatar gracias al uso de la MFEL mediante la comparación del tamaño de defecto crítico observado en SEM con el calculado a partir de la tenacidad a fractura.

La calidad GD13 es más sensible al corte por electroerosión, con una disminución de la resistencia mucho mayor, y la constatación de un mayor número de microgrietas y zonas pobres en ligante.

Los tratamientos térmicos son efectivos en la eliminación de tensiones residuales, pero no reparan las microgrietas ni a las zonas pobres en ligante. Así pues, la calidad GD30, que sólo había perdido una pequeña parte de su resistencia, la recupera casi completamente.

Por otro lado, la resistencia de la calidad GD13, que se había degradado de forma relevante, se recupera sólo parcialmente, pues las tensiones residuales son sólo parcialmente aliviadas.

En resumen, la calidad GD13 muestra una resistencia intrínseca mayor que la calidad GD30, pero la primera es mucho más sensible a cualquier tipo de tratamiento, y el corte por electroerosión le afecta muy negativamente. Los tratamientos térmicos son únicamente efectivos parcialmente.

7. COSTE ECONÓMICO

A continuación se muestra el coste asociado a la realización de este proyecto. A tal fin se ha dividido el coste total entre el uso de maquinaria y utillaje, el importe de los materiales, y los costes de personal (véase tabla 16).

Concepto	Coste unitario	Cantidad	Subtotal
MAQUINARIA			
<i>Pulidora</i>	10€/h	60h	600€
<i>Máquina ensayo flexión</i>	10€/h	10h	100€
<i>Máquina ensayo RUMUL</i>	10€/h	20h	200€
<i>Microscopio óptico</i>	20€/h	5h	100€
<i>Microscopio Confocal</i>	40€/h	5h	200€
<i>FE-SEM</i>	35€/h	10h	350€
Subtotal			1550€
MATERIAL			
<i>Probetas de metal duro</i>	100€/kg	0,9kg	90€
<i>Disco pulidor (diamante)</i>	200€/unidad	3	600€
<i>Pasta de diamante</i>	300€/l	1l	300€
<i>Lubricante</i>	50€/l	2L	100€
<i>Otros</i>			50€
Subtotal			1140€
PERSONAL (5 MESES)			
<i>Proyectista</i>	20€/h	700h	14000€
<i>Tutor</i>	60€/h	10h	600€
<i>Técnico de laboratorio</i>	25€/h	70h	1750€
Subtotal			16350€
TOTAL DEL PROYECTO			19040€

Tabla 16. Costes asociados del presente proyecto.

8. IMPACTO AMBIENTAL

Toda la investigación efectuada en un laboratorio conlleva un efecto ambiental no despreciable. En lo que concierne a la investigación, lo más importante ha sido la cantidad de agua utilizada como refrigerante durante el pulido con discos abrasivos. También se han usado un importante número de guantes y trozos de papel para limpiar las muestras.

Por otro lado, también se ha de considerar el importante consumo de electricidad de las máquinas, entre las que se tienen que mencionar: los hornos para tratamientos térmicos (afortunadamente, en éste caso eran de pequeño tamaño, para investigación), la máquina para efectuar el corte a electroerosión, la máquina para ensayos de rotura, la máquina RUMUL para ensayos cíclicos, las pulidoras giratorias y los aparatos de microscopía (CONFOCAL y SEM).

9. AGRADECIMIENTOS

En primer lugar quiero expresar mi más sincero agradecimiento al Dr. Luis Llanes, director de este proyecto. Me ha guiado en el progreso de este trabajo y me ha aconsejado, siempre con el máximo rigor, acerca de cómo encarar de la mejor manera posible las diferentes etapas de este proyecto.

Asimismo deseo recordar con gratitud el asesoramiento del Dr. Fernando García, que me ha instruido con detenimiento y paciencia en todos los procesos de laboratorio, así como haberme proporcionado consejo y correcciones a lo largo de éste trabajo.

También quiero agradecer el trato y ayuda del Dr. Álvaro Mestra y el Sr. Francesc Heredero. Su acogida ha sido ejemplar desde el primer día, y su amabilidad y predisposición a resolver mis dudas han sido de gran ayuda.

Finalmente deseo agradecer el trato del personal de AMES que ha hecho posible este proyecto.

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] ADEVA, T. Edge effect on abrasive wear mechanisms and wear resistance in WC-6wt.%Co hardmetals, PhD Thesis. Karstad University, 2006.
- [2] CASAS, B., TORRES, Y., LLANES, L. *Fracture and fatigue behavior of electrical-discharge machined cemented carbides*. International Journal of Refractory materials & Hard Metals, Vol.24, 2005.
- [3] UPADHYAYA, G. S. Cemented Tungsten Carbides: Production, Properties and Testing, Noyes Publications, New Jersey, USA, 1988, pp. 254-261.
- [4] DURIT HARTMETALL GmbH. Durit, a strong player in cemented carbide. Wuppertal 2012. [http://www.durit.com/fileadmin/user_upload/PDFs/en/DURIT_Image_brochure_en.pdf, 21 marzo 2015]
- [5] UPADHYAYA, G.S. Materials science of cemented carbides, an overview. Materials and Design, Vol. 22, 2001, pp.483-489.
- [6] DAVIS, J.R. Cemented carbides. Tool Materials, ASM Specialty Handbook. ASM International, Materials Park, USA. 1998, pp. 36-58.
- [7] ALLIBERT, C.H. Sintering features of cemented carbides WC-Co processed from fine powders. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, Vol. 19, 2001, pp.53-61.
- [8] ANDRÉN, H.O. Microstructures of cemented carbides. Materials and Design, Vol. 22, 2001, pp.491-498.
- [9] EXNER, H. Physical and chemical nature of cemented carbides. International Materials Review, 4, 1979, pp. 149-73.
- [10] ROEBUCK, B., ALMOND, E. A. Deformation and fracture processes and the physical metallurgy of WC-Co hardmetals. International Materials Review 1988, pp.33, 90-110.
- [11] SANDVIK HARD MATERIALS. Understanding Cemented Carbide. 2005.
- [12] SANDVIK HARD MATERIALS. Cemented Carbide, Sandvik new developments and Applications. 2005.
- [13] COUREUAX, M. Comportamiento mecánico de carburos cementados WC-Co: Influencia de la microestructura en la resistencia a la fracture, la sensibilidad a la fatiga y la tolerancia al daño inducido bajo solicitaciones de contacto. PhD thesis. Universitat Politècnica de Catalunya, 2012.
- [14] ALMOND, E.A. Deformation characteristics and mechanical properties of Hardmetals. National Physical Laboratory, Teddington, United Kingdom. 1983, pp. 517-561.
- [15] CHANG-SOO, K. Microstructural-Mechanical Property Relationships in WC-Cocomposites, PhD. Thesis Materials Science and Engineering Department Carnegie Mellon University, 2004.
- [16] DREYER, K. et al. *Hardmetals for tools and wear parts state of the art*. Special Interest Seminar, PM World Congress, Granada, España, 1988.
- [17] LAWN, N. Fracture of Brittle Solids, 2a Edición, Cambridge University Press, Cambridge, UK. 1993.

- [18] TADA, H., PARIS, P.C., IRWIN, G.R. *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, Paris Productions Incorporated (and Del Research Corporation). St. Louis, USA, 1973, pp. 2.13-2.15.
- [19] NEWMAN, J., RAJU, I., *An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack*. Eng. Fract. Mech. Nº 15, 1981, pp. 185-92.
- [20] ROEBUCK, B. GEE, M.G., Morrell, R. *Developments in testing and mechanical properties of hard metals*. Powder Metal Nº 39. 1996, pp.231-8.
- [21] TORRES, Y. *Fracture toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure*. International Journal of Refractory Materials & Hard Materials Nº 19. 2001, pp.27-34.
- [22] FIRESTONE, R.F. *Lasers and other nonabrasive machining methods for ceramics. Ceramics, applications in manufacturing*. Dearborn, MI: SME; 1988. p. 133-8.
- [23] FAULK, N. Electrical discharge machining. *Ceramics and glasses, engineered materials handbook, Vol. 4*. Materials Park, ASM International; 1991. p. 371–6.
- [24] PETROFES, N.F., GADALLA, A.M. *Processing aspects of shaping advanced materials by electrical-discharge machining*. Adv. Mater. Manuf. Proc. 3, 1988, pp. 127-153.
- [25] CASAS, B. *Influencia de la integridad superficial en la respuesta mecánica y al contacto de carburos cementados Wc-Co, Tesis doctoral*. Universitat Politècnica de Catalunya, 2002.
- [26] JIANXIN, D., TAICHIU, L. *Surface integrity in electro-discharge machining, ultrasonic machining, and diamond saw cutting of ceramic composites*. Ceram. Inter. Nº 26. 2000, pp. 825-830.
- [27] TRUEMAN, C.S. Y HUDDLESTON, J. *Material removal by spalling during EDM of ceramics*. J. Eur. Ceram. Soc. 20 2000. pp. 1629-1635 (2000).
- [28] GADALLA, A.M., TSAI, W. *Electrical discharge machining of tungsten carbide-cobalt composites*. J. Am. Ceram. Soc. 72. 1989, pp. 1396-1401.
- [29] GADALLA, A.M., Y TSAI, W. *Machining of WC-Co composites*. Mater. Manuf. Proc. 4. 1989, pp. 411-423.
- [30] PUERTAS-ARBIZU, I. Y., LUIS-PÉREZ, C.J. *Revisión de las aplicaciones de la electroerosión por penetración al mecanizado de cerámicas conductoras*. Rev. Metal. Madrid 38, 2002, pp. 358-372.
- [31] MARSHALL, D.B. et al. *The nature of machining damage in brittle materials*. Proc. R. Soc. London. Ser. A 385. 1983, pp. 461-475.
- [32] QU, J. et al. *Nanoindentation characterization of surface layers of electrical discharge machined WC-Co*. Mater. Sci. Eng. A344, 2003, pp. 125-131.
- [33] LLANES, L. et al. *Surface integrity effects on the fracture resistance of electrical-discharge-machined WC-Co cemented carbides*. J. Am. Ceram. Soc. 89. 2004, pp. 1687-1693.
- [34] DEGARMO, P., BLACK, J., KOHSER, R. (2003), *Materials and Processes in Manufacturing* (9ª edición). Wiley, 2003, p. 223.

ANEXOS

A. Formulas de Newman & Raju

A continuación siguen las fórmulas de Newman & Raju, 1981 para la fórmula del factor Y para una grieta superficial semielíptica, así como las simplificaciones y suposiciones para este trabajo.

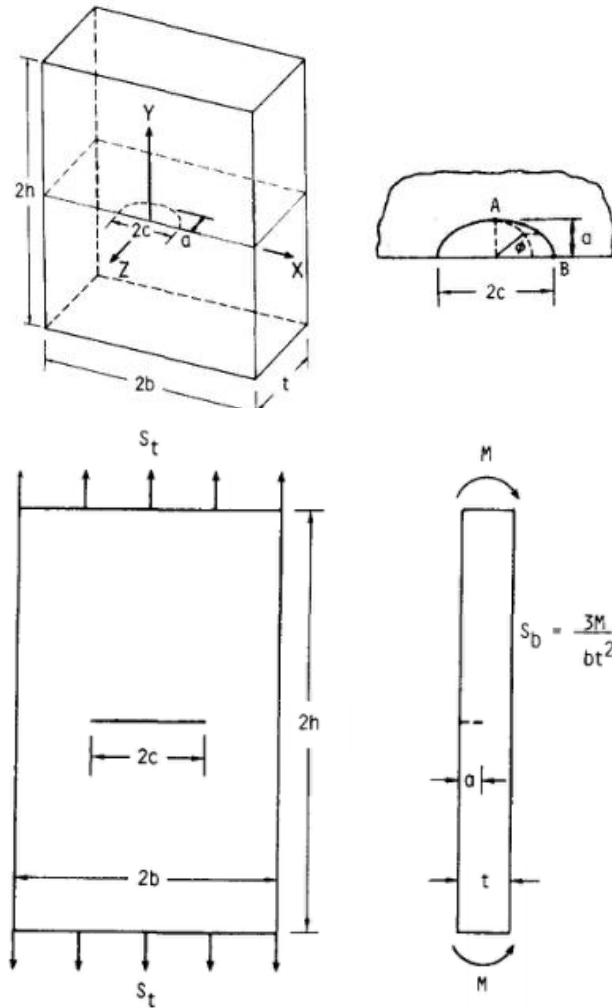


Fig. A.1. Diagramas mostrando la geometría de la grieta, de la probeta, las medidas de éstas, y los esfuerzos a los que se están sometiendo.

La fórmula global de K_{Ic} (en Newman & Raju K_I) se puede observar en la ecuación A.1.

$$K_I = (S_t + HS_b) \sqrt{\pi \frac{a}{Q} F\left(\frac{a}{t}, \frac{a}{c}, \frac{c}{b}, \varphi\right)} \quad \text{Ec.A.1}$$

En la tabla A.1 se procede a enumerar las simplificaciones y condiciones de contorno que se suponen en la situación del apartado 5.3:

Símbolo	Magnitud	Simplificación	Motivo
S_t	Tensión de tracción pura	$S_t = 0$	Sólo hay tensión fruto de la flexión
a/t	Proporción profundidad grieta vs. grosor probeta	$\rightarrow 0$	La grieta es micrométrica
c/b	Proporción anchura grieta vs. anchura probeta	$\rightarrow 0$	La grieta es micrométrica
ϕ	Coordenada angular de la grieta	$= \pi/2$	Correspondiente a la zona central, más solicitada

Tabla A.1. Simplificaciones y condiciones de contorno aplicadas a las ecuaciones de Irwin & Raju para el apartado 5.3.

Reordenando se obtiene la ecuación A.2., que es análoga a la ecuación 2.1

$$K_I = S_R \frac{F}{\sqrt{Q}} \sqrt{\pi a} \quad \text{Ec. A.2.}$$

Del documento se obtienen las definiciones de cada término, que son las ecuaciones A.3-A.5.

$$Q = 1 + 1,464(a/c)^{1,65}, (a/c) \leq 1 \quad \text{Ec.A.3}$$

$$F = [M_1 + M_2 \cdot (a/t)^2 + M_3 \cdot (a/t)^4] \cdot f_\phi \cdot g \cdot f_w \quad \text{Ec.A.4}$$

$$M_1 = 1,13 - 0,09(a/c) \quad \text{Ec.A.5}$$

Obsérvese que los términos M_2 y M_3 desaparecen porque $(a/t) \rightarrow 0$. Siguiendo, se notan las ecuaciones A.6-A.8, que tampoco son de significancia pues $\phi = \pi/2$ y por tanto $g = f_w = f_\phi = 1$.

$$g = 1 + [0,1 + 0,35(a/t)^2](1 - \sin\phi)^2 \quad \text{Ec.A.6}$$

$$f_\phi = [(a/c)^2 \cos^2\phi + \sin^2\phi]^{1/4} \quad \text{Ec.A.7}$$

$$f_w = \sqrt{\sec\left(\frac{\pi c}{2b}\right) \sqrt{\frac{a}{t}}} \quad \text{Ec.A.8}$$

Así, finalmente se obtiene la fórmula del coeficiente de geometría para la grieta semioval que interesa para el apartado 5.3 (Ec.A.9)

$$Y = \frac{1,13 - 0,09(a/c)}{\sqrt{1 + 1,464(a/c)^{1,65}}} \quad \text{Ec.A.9}$$